

N° CNRS : A.O. 6263

présentées devant l'UNIVERSITE de NANTES

pour obtenir le grade de

par

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



1ère Thèse : Etude du comportement mécanique des alliages cuivre aluminium en température

2ème Thèse : Propositions données par le Jury

Soutenues le 18 décembre 1971 devant la Commission d'Examen.

M. GOBIN	Président
M. BOUCHY	} Examineurs
M. COTTU	
M. MENCARELLI	

N° d'Ordre : 5 (1971)

N° CNRS : A.O. 6263

THESES

présentées devant l'UNIVERSITE de NANTES

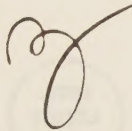
pour obtenir le grade de

DOCTEUR-INGENIEUR

par

Jean Marie ROLAND

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



1ère Thèse : Etude du comportement mécanique des alliages cuivre aluminium
en température

2ème Thèse : Propositions données par le Jury

Soutenues le 18 décembre 1971 devant la Commission d'Examen :

M. GOBIN

Président

M. BOUCHY

M. COTTU

M. MENCARELLI

} Examineurs

UNIVERSITE DE NANTES

Président M. KERNEIS Médecine

Vice-Président M. PETRESCO Mathématiques

LISTE DES ENSEIGNANTS DES DISCIPLINES SCIENTIFIQUES

Professeurs

M. BRILLOUET

Mathématiques

M. PAUC

"

M. PETRESCO

"

M. RAFFIN

"

M. VIVIER (ENSM)

"

M. TARDY (ENSM)

Mécanique

M. RAVILLY (ENSM)

"

M. AVIGNON

Physique

M. BOULLLOUD

"

M. COLLET

"

M. MINN

"

M. MEZENCEV (ENSM)

"

M. MOUTON

"

M. DUNOYER

Chimie

M. GRAFF

"

M. MARTIN

"

M. PIERI

"

M. QUINIOU

"

M. ROUXEL

"

M. WOJTKOWIAK

"

Melle DEBRAUX

Biologie

M. GARRIGUES

"

Mme LE DOUARIN

"

M. LE DOUARIN

"

M. SELLIER

"

M. CAVET

Sciences de la Terre

Professeurs associés

M. BRARD (ENSM)

Mécanique

M. ABKOWITZ (ENSM)

Mécanique

Professeurs sans chaire	M. BARDON	Physique
	M. GOUREAUX	"
	M. LASKAR	"
	Melle OFFRET (EN SM)	"
	M. GOBIN (EN SM)	Chimie
	M. TOURNOUX	"
	M. DUPONT	Biologie
	M. SAUDRAY	"
	M. OTTMANN	Sciences de la Terre
Maîtres de Conférences	M. BETTEN	Mathématiques
	M. FOUQUES	"
	M. GATESOUBE	"
	M. GAPAILLARD (Chargé d'enseignement)	"
	M. IBISCH	"
	M. LAMEAU (EN SM)	"
	M. LEBORGNE	"
	M. PHAN-THE-LAI (Chargé d'Enseignement)	"
	M. DUBIGEON (Chargé d'Enseignement EN SM)	Mécanique
	M. GUEVEL (EN SM)	"
	M. SULMONT (EN SM)	"
	M. VILAINE (EN SM)	"
	M. CAILLER (IUT)	Physique
	M. LE BIHAN	"
	M. LE CORRE (IUT)	"
	M. LE MAITRE	"
	M. LONCKE	"
	M. ROSIER	"
	M. THOMAS (Chargé d'Enseignement IUT)	"
	M. BOUCHY (IUT)	Chimie
	M. CHABANEL	"
	M. LE MAÎTRE (Chargé d'Enseignement IUT)	"
	Mme MARTIN	"
	M. POINTEAU (EN SM)	"
	M. AMOURIQ	Biologie
	M. LE BRUN	"
	Mme NICOLAS-PRATT	"
Maitres de Conférences	M. FORESTIER	Sciences de la Terre
	M. NICOLAS	"

REMERCIEMENTS

Nous prions Monsieur F. GOBIN, Directeur du Laboratoire de Métallurgie de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique de Nantes, de bien vouloir agréer l'expression de notre profonde gratitude pour nous avoir accueilli dans son laboratoire et accepté la présidence de notre jury.

Nous tenons à remercier Monsieur C. BOUCHY, Directeur de l'Institut Universitaire de Technologie de Nantes, de nous avoir initié à la recherche par des discussions fructueuses et qui a bien voulu participer à la commission d'examen.

Que Monsieur J.P. COTTU, Maître de Conférences à l'Institut Universitaire de Technologie de Toulouse, accepte mes remerciements les plus sincères. Ses encouragements, ses conseils précieux et son dévouement à mon égard m'ont été d'un grand secours dans la conduite de cette étude.

Nous remercions encore Monsieur MENCARELLI, Chef du service Métallurgie de l'Etablissement des Constructions et Armes Navales d'Indret qui accepta de participer à la commission d'examen, et qui a bien voulu nous faire bénéficier de sa compétence personnelle et de l'expérience des membres de son laboratoire.

Je remercie enfin mes camarades, les membres du laboratoire, et tous les techniciens qui m'ont aidé dans la réalisation de cette étude.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41555419_0027

S O M M A I R E

	<u>Pages</u>
Chapitre 1 - LES ALLIAGES CUIVRE-ALUMINIUM - GENERALITES -	3
1 - CLASSIFICATION	3
2 - DIAGRAMMES D'EQUILIBRE	4
3 - TRANSFORMATION ORDRE - DESORDRE	8
4 - PROPRIETES MECANIQUES	10
Chapitre 2 - TRACTION -	17
1 - MACHINE DE TRACTION	17
1,1 - Description de la machine	17
1,2 - Eprouvettes	23
1,3 - Généralités sur les essais de traction	27
2 - ETUDE PRELIMINAIRE	35
2,1 - Déformations élastiques	35
2,2 - Traitements thermiques	36
3 - ESSAIS DE TRACTION	46
3,1 - Courbes de traction	46
3,2 - Caractéristiques mécaniques	51
3,3 - Examen micrographique	55
4 - DISCUSSION	66
4,1 - Fragilisation des précipités	66
4,2 - Changement de structure	67
4,3 - Transformation ordre - désordre	67
4,4 - Interactions dislocations - impuretés	70
Chapitre 3 - FLEXION -	79
1 - MACHINE DE FLEXION ALTERNÉE	79
1,1 - Description de l'appareil	79
1,2 - Eprouvettes	84
1,3 - Analyse du procédé expérimental	85
1,4 - Mode opératoire	90
2 - RESULTATS DES ESSAIS DE FLEXION	91
2,1 - Module d'élasticité	91

2,2 - Fréquence de résonance	92
2,3 - Temps de rupture	92
2,4 - Nombre de cycles avant rupture	95

3 - EXAMEN MICROGRAPHIQUE	95
---------------------------	----

4 - DISCUSSION	102
----------------	-----

4,1 - Avantages et inconvénients de la méthode	102
--	-----

4,2 - Discussion des résultats	102
--------------------------------	-----

Chapitre 4 - CONCLUSION GENERALE. -	107
-------------------------------------	-----

BIBLIOGRAPHIE	109
---------------	-----

I N T R O D U C T I O N

De nombreux laboratoires consacrent une part importante de leur activité à l'étude des propriétés mécaniques des métaux et orientent leurs travaux vers la recherche des mécanismes de la déformation plastique ou de la rupture.

Dans notre étude, nous avons tenté de déterminer, en fonction de la température, les caractéristiques mécaniques d'alliages de cuivre et d'aluminium contenant quelques éléments d'addition. Nous avons alors essayé d'expliquer les anomalies observées, tant sur la ductilité qui devient faible vers 450°C, que sur le module qui présente une diminution rapide entre 200 et 300°C.

Les données dont nous disposions au départ étaient assez limitées, peu de travaux ayant été consacrés à l'étude systématique des propriétés mécaniques des alliages cuivre-aluminium en fonction de la température. Nous savions, cependant, que les alliages monophasés étaient considérés comme peu malléables à chaud et que certaines zones de températures devaient être "évitées" pour les alliages complexes.

Nous avons alors choisi d'étudier trois alliages industriels, l'un étant monophasé, les deux autres étant biphasés complexes.

Le plan de notre exposé est le suivant :

Un premier chapitre est consacré à des généralités sur les propriétés métallurgiques, physiques et mécaniques des alliages cuivre-aluminium.

Dans le second chapitre, nous décrirons le dispositif expérimental qui permet d'obtenir les caractéristiques mécaniques de traction, en fonction de la température. Nous observons alors l'influence de l'aluminium et des éléments d'addition sur ces caractéristiques ainsi qu'une diminution importante de ductilité de nos échantillons.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude de la fissuration du métal soumis à des sollicitations de flexion alternée, la contrainte maximale étant voisine de la limite élastique. Le dispositif expérimental, que nous avons mis au point permet, entre autres, de mesurer la valeur du module d'Elasticité et nous discuterons ses variations en fonction de la température.

Chapitre 1

LES ALLIAGES CUIVRE-ALUMINIUM GENERALITES

1 - CLASSIFICATION -

Ces alliages sont constitués de cuivre, d'aluminium et d'un certain nombre d'éléments d'addition. Les plus couramment utilisés sont le fer et le nickel (teneurs comprises entre 1 et 5 %) et le manganèse dont le taux ne dépasse guère 3 %.

Un grand nombre de nuances ont été élaborées, soit en vue d'études expérimentales, soit à des fins d'utilisations industrielles, avec des teneurs en aluminium comprises le plus souvent entre 5 et 12 %. Cette diversité a conduit les chercheurs et les utilisateurs à une certaine classification des alliages cuivre-aluminium.

TIGEOT [1] propose une classification à partir de l'observation du diagramme et des structures. WEILL-COULY [2], suggère une classification légèrement différente, son idée étant de regrouper les nuances présentant des propriétés technologiques semblables.

Il considère notamment :

- a) Les alliages monophasés, complexes ou non, de teneur en aluminium inférieure à 8 %. Cette teneur de 8 % est la limite supérieure, au-delà de laquelle les structures obtenues sont diphasées aux vitesses de refroidissement industrielles.

Ces alliages sont peu résistants mais très déformables à froid. Ils sont difficiles à travailler à chaud et présentent d'autre part une mauvaise soudabilité.

- b) Les alliages diphasés sans élément d'addition et qui contiennent généralement 8 à 12 % d'aluminium. Ces alliages présentent des caractéristiques mécaniques moyennes, se travaillent bien à chaud et sont soudables.

- c) Les alliages diphasés complexes sans nickel, dont les caractéristiques mécaniques sont plus élevées que dans le cas précédent.
- d) Enfin, les alliages diphasés complexes, contenant du nickel qui présentent des caractéristiques mécaniques comparables à celles des aciers. De plus, ils possèdent une très bonne tenue à la fatigue ainsi qu'une excellente résistance à la corrosion et à la cavitation-érosion.

Les alliages que nous avons retenus pour notre étude se situent respectivement dans le premier groupe : alliage A, et dans le quatrième : alliages B et C.

Leurs compositions sont les suivantes :

:	:	:	:	:
:	Eléments :	Alliage A :	Alliage B :	Alliage C :
:	Cu	95,48	87,20	82,02
:	Al	4,40	8,5	8,75
:	Fe	0,02	1,38	2,77
:	Ni	0,01	1,70	4,55
:	Mn	0,06	1,08	1,58
:	Pb	0,001	0,004	0,006
:	Zn	0,01	0,12	0,19
:	Si	0,006	0,04	0,1
:	Sn	0,005	0,02	T
:	:	:	:	:

Tableau des teneurs en éléments d'alliage
% en masse

2 - DIAGRAMMES D'EQUILIBRE -

Nous examinerons plus particulièrement dans ce paragraphe, le diagramme binaire dont dépend notre alliage A et un diagramme d'alliage complexe, auquel peuvent se rattacher les deux autres nuances étudiées.

2,1 - Le diagramme cuivre-aluminium

Ce diagramme, étudié depuis de nombreuses années, n'est pas encore déterminé avec certitude, particulièrement pour les teneurs en aluminium supérieu-

res à 9 % en masse et pour les températures inférieures à 400°C environ.

Le plus ancien a été proposé par CARPENTER et EDWARDS en 1907 [3] et [4] et fait apparaître deux phases stables à l'ambiante α et γ_2 , dans le domaine de composition compris entre 0 et 18 % d'aluminium en masse (Fig. 1).

a) La phase α est une solution solide de même structure que le cuivre pur. Elle cristallise dans un réseau cubique à faces centrées dont le paramètre varie de 360 pm pour le cuivre pur à 366 pm pour 9 % d'aluminium.

Cette phase est stable à l'ambiante jusqu'à des teneurs en aluminium comprises entre 8 et 9,4 % selon les auteurs. Ces divergences sont probablement liées à l'emploi de vitesses de refroidissement variables.

En outre, cette phase serait le siège de transformations ordre-désordre.

b) La phase γ_2 stable à l'ambiante pour des teneurs supérieures à 16,4 % d'aluminium, possède une structure cubique complexe de formule proche de Cu_9Al_4 .

c) D'autre part, on observe à 1 048°C, pour des teneurs comprises entre 10 et 15 %, la cristallisation de la phase β , à partir du liquide. Cette phase β , de structure cubique centrée, de composition voisine de Cu_3Al , est stable au-dessus de 565°C et se décompose à cette température pour donner naissance à l'agrégat eutectoïde $\alpha + \gamma_2$.

Le domaine $\alpha + \gamma_2$ a cependant retenu l'attention de nombreux chercheurs [5] [6] [7] qui proposent l'existence d'une nouvelle phase, phase α_2 , formée par réaction péritectoïde à 363°C et de différentes phases, ordonnées ou non, dont les principales seraient :

- phase β_1 de structure cubique centrée ordonnée
- phase β' de structure cubique à faces centrées désordonnée
- phase β'_1 de structure quadratique ordonnée
- phase γ' de structure orthorhombique ordonnée

La Figure 2 représente le diagramme binaire cuivre-aluminium proposé par ces auteurs et qui fait apparaître le domaine de stabilité de la phase α_2 .

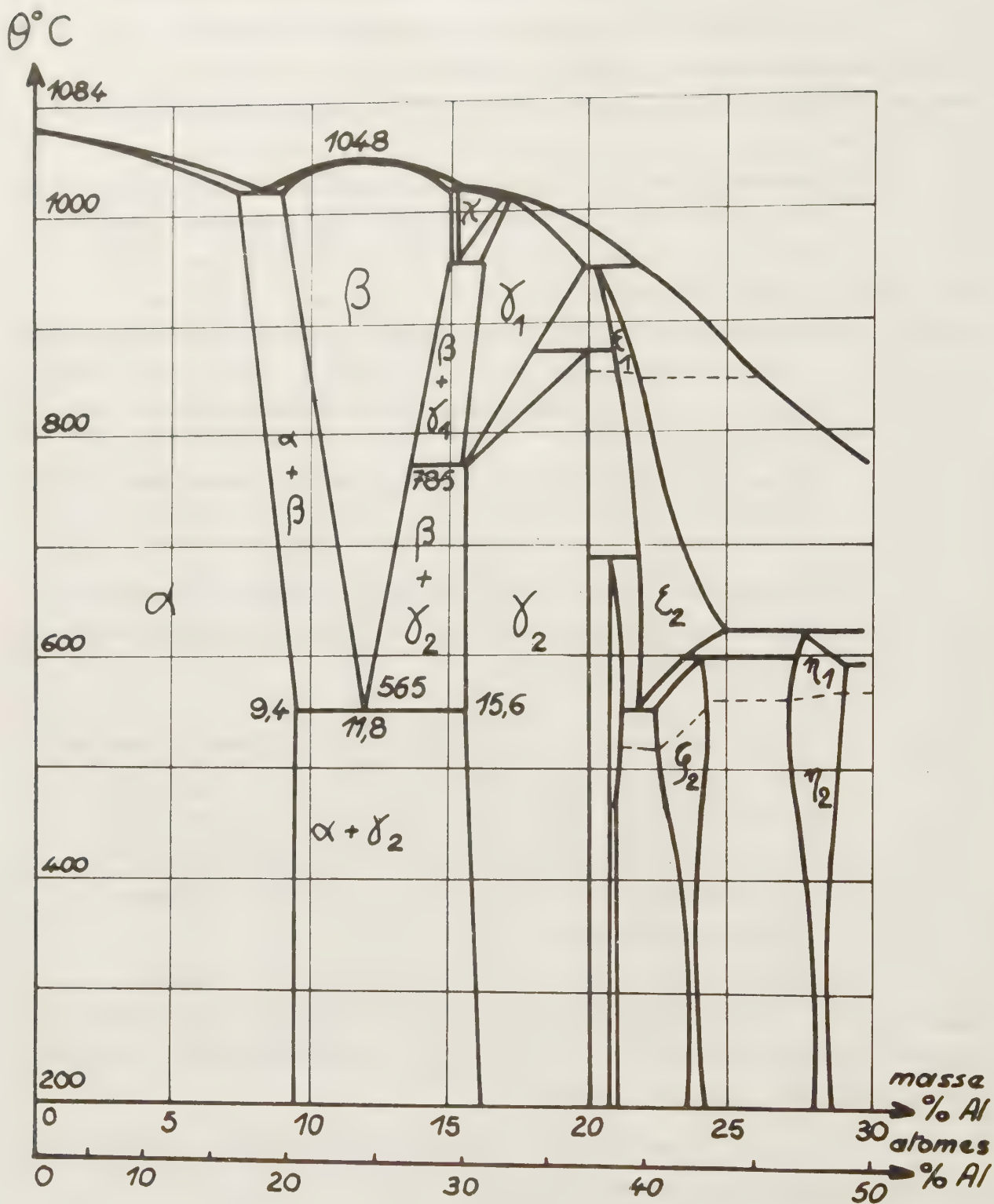


Fig 1

d'après [3]

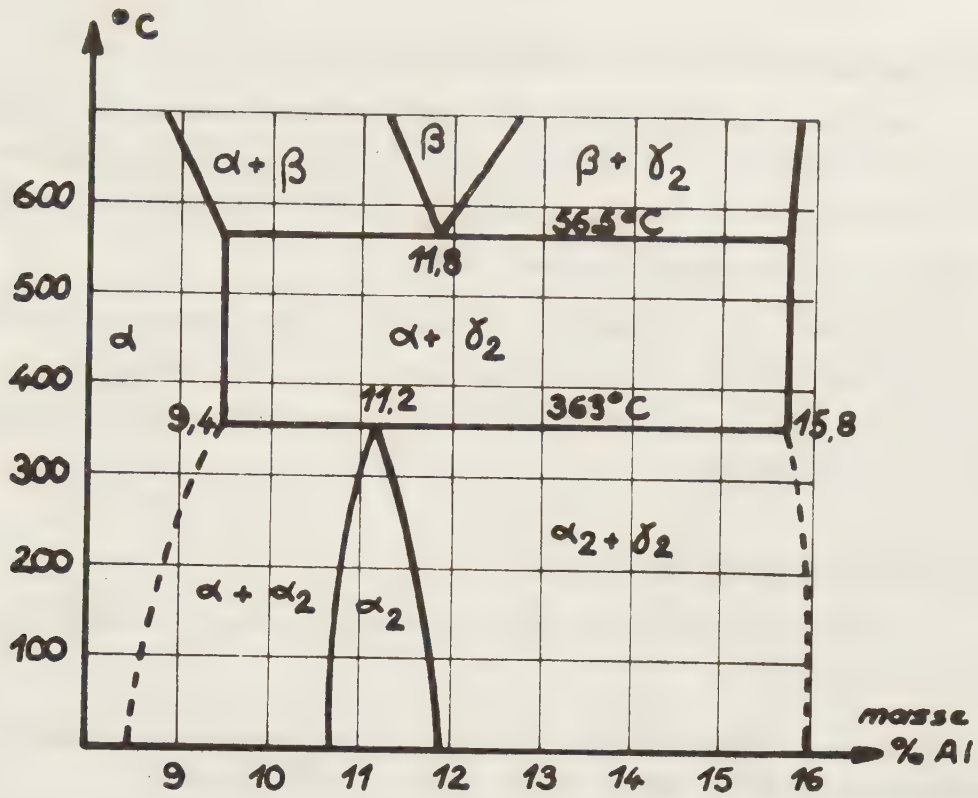


Fig. 2 d'après [5]

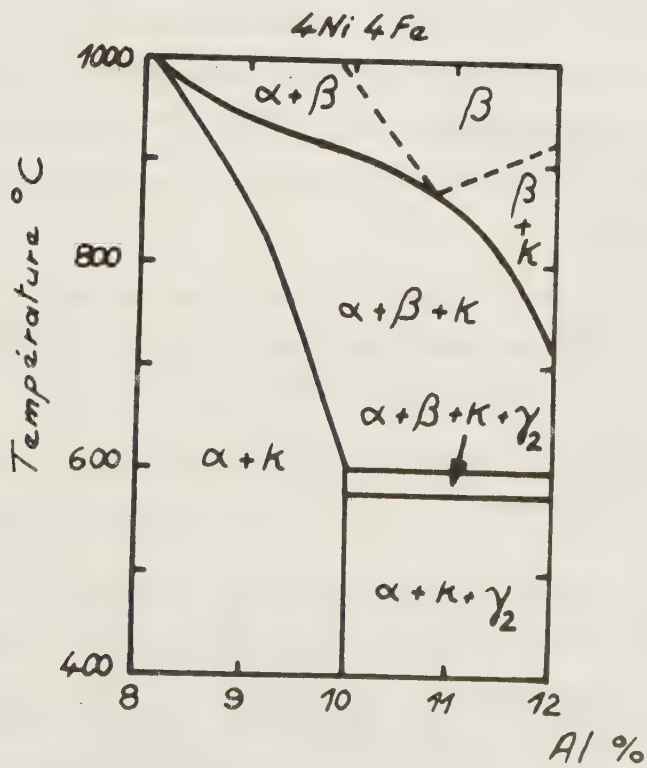


Fig. 3
d'après [8]

2,2 - Le diagramme Cuivre-Aluminium-Fer-Nickel

L'addition de fer et de nickel modifie sensiblement le diagramme d'équilibre. On constate en particulier sur la Fig. 3, correspondant à un alliage à 4 % de fer et 4 % de nickel, que le domaine α est plus étendu, tandis qu'une nouvelle phase nommée K apparaît [8] [9].

Cette phase K, qui possède à l'ambiante une structure ordonnée, cubique centrée, comparable à celles de NiAl et de FeAl, est soluble à la fois dans la phase α et dans la phase β . Elle s'y dissout d'ailleurs complètement au-dessus de 925°C environ.

3 - TRANSFORMATIONS ORDRE-DESORDRE -

La phase α des alliages cuivre-aluminium serait le siège d'une transformation ordre-désordre.

Dès 1925, CHENEVARD [10] fait état d'une anomalie dilatométrique des alliages cuivre-aluminium monophasés α entre 250°C et 300°C.

Plus tard, HOUSKA et AVERBACH [11], puis DAVIES et CAHN [12] montrent, par diffraction de rayons X, l'existence d'un ordre à courte distance dans des alliages contenant environ 15 At % d'aluminium soit 7,2 % en masse.

Peu après, plusieurs études portant sur les propriétés physiques ou chimiques des solutions solides α de cuivre et d'aluminium, mettent en évidence des anomalies dans le comportement de ces alliages entre 200 et 300°C.

Ainsi, MATSUO et CLAREBROUGH [13] ont étudié les variations de la chaleur spécifique et de la résistivité d'alliages cuivre-aluminium de différentes teneurs en aluminium.

Leurs échantillons sont élaborés à partir de cuivre et d'aluminium relativement purs, les teneurs en aluminium étant de 9,8, 12,2 et 15,3 At % soit respectivement 4,45, 5,1 et 7,2 % en masse.

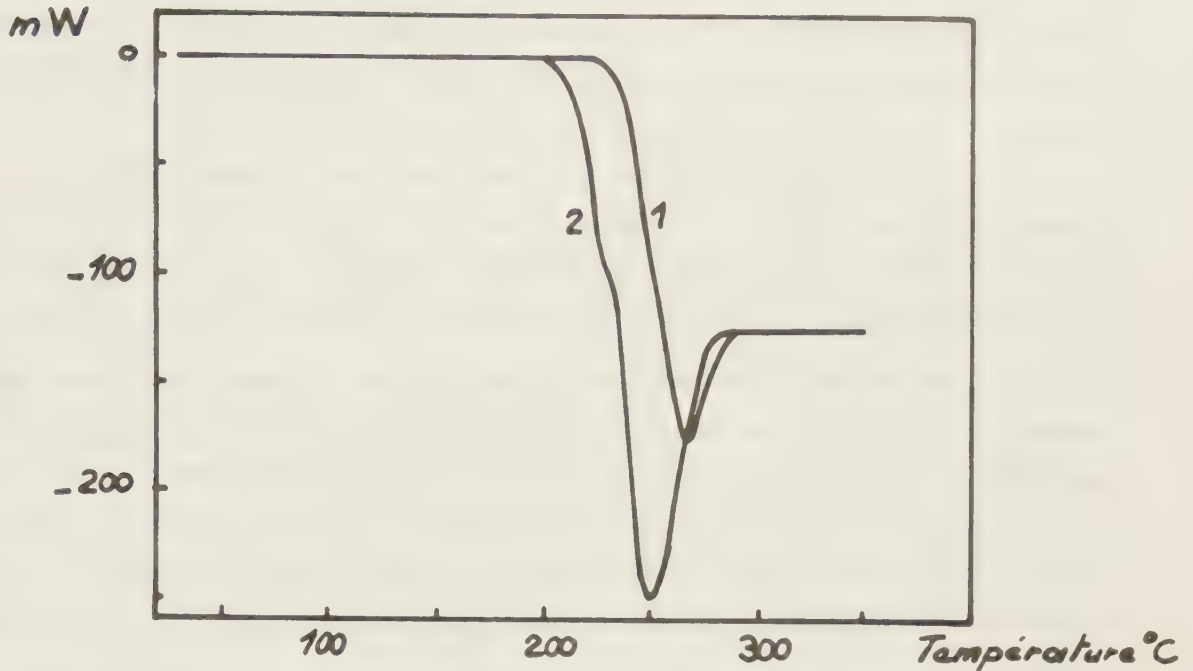
Les mesures de chaleur massique sont effectuées à l'aide d'un calorimètre différentiel, en prenant pour référence un échantillon de cuivre pur.

Les échantillons, préalablement refroidis à 0,5°C par minute depuis 350°C ou trempés à 600°C et recuits deux mois à 155°C, sont réchauffés dans le calorimètre à la vitesse de 2°C par minute.

Les résultats obtenus sont reproduits sur les figures 4 et 5. Ces courbes font apparaître une variation brutale de la capacité calorifique entre 230°C et 290°C, le phénomène étant d'autant plus accusé que la teneur en aluminium est plus élevée.

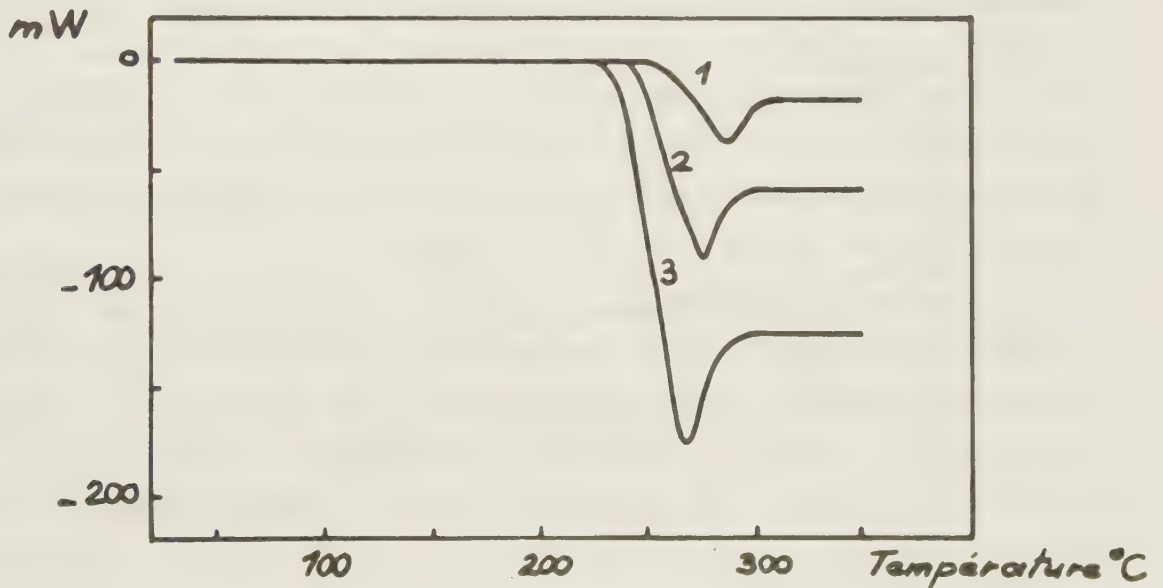
Fig 4

d'après [13]



Différences d'énergie absorbée en mW en fonction de la température
Courbe 1 obtenue après refroidissement lent à $0,5^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ à partir de 350°C

Courbe 2 obtenue par trempe à 600°C puis recuit 2 mois à 150°C



Différences d'énergie absorbée en mW en fonction de la température

Courbe 1 10% Aluminium

Courbe 2 12% Aluminium

Courbe 3 15% Aluminium

Fig 5

d'après [13]

Dans cette même étude, MATSUO et CLAREBROUGH montrent (Fig. 6) que la résistivité d'un alliage à 15 At % d'aluminium, refroidi lentement depuis 600°C, puis réchauffé à 2°C par minute et trempé à l'eau à différentes températures, augmente presque linéairement entre 250°C et 450°C pour décroître ensuite.

Les auteurs expliquent ces résultats par la destruction d'un ordre à courte distance qui s'effectuerait lors du réchauffage entre 226°C et 290°C et par l'augmentation du degré de désordre retenu par le refroidissement. Leurs résultats sont d'ailleurs en accord avec ceux de DAVIES et CAHN [12].

BROOKS et STANSBURY [14] signalent par ailleurs cette variation de capacité calorifique des alliages cuivre-aluminium monophasés (Fig. 7) tandis que MOREAU [15], plus récemment, fait état d'un accroissement de la sensibilité à la corrosion de ces alliages monophasés refroidis lentement, puis réchauffés à 1°C par minute jusqu'à différentes températures et trempés à l'eau. Cet accroissement apparaît à partir de 200°C et pourrait être lié aux variations d'ordre.

Enfin, PANIN et ses collaborateurs [16] ont étudié théoriquement la transformation ordre-désordre des alliages cuivre-aluminium. Ils proposent un calcul du degré d'ordre à courte distance pour un alliage à 14,3 At % d'aluminium et en déduisent les variations d'énergie qui devraient accompagner la destruction de ces ordre à courte distance. Ils notent alors, que les variations expérimentales sont sensiblement plus élevées que ne le laisse prévoir la théorie. Ils sont donc conduits à supposer que l'ordre à courte distance n'est pas seul responsable des variations de résistivité ou de chaleur volumique observées et qu'il pourrait exister un ordre à longue distance imparfait. Des paires de dislocations ont d'ailleurs été observées par COHEN et FINE [17] dans un alliage à 14 At % d'aluminium.

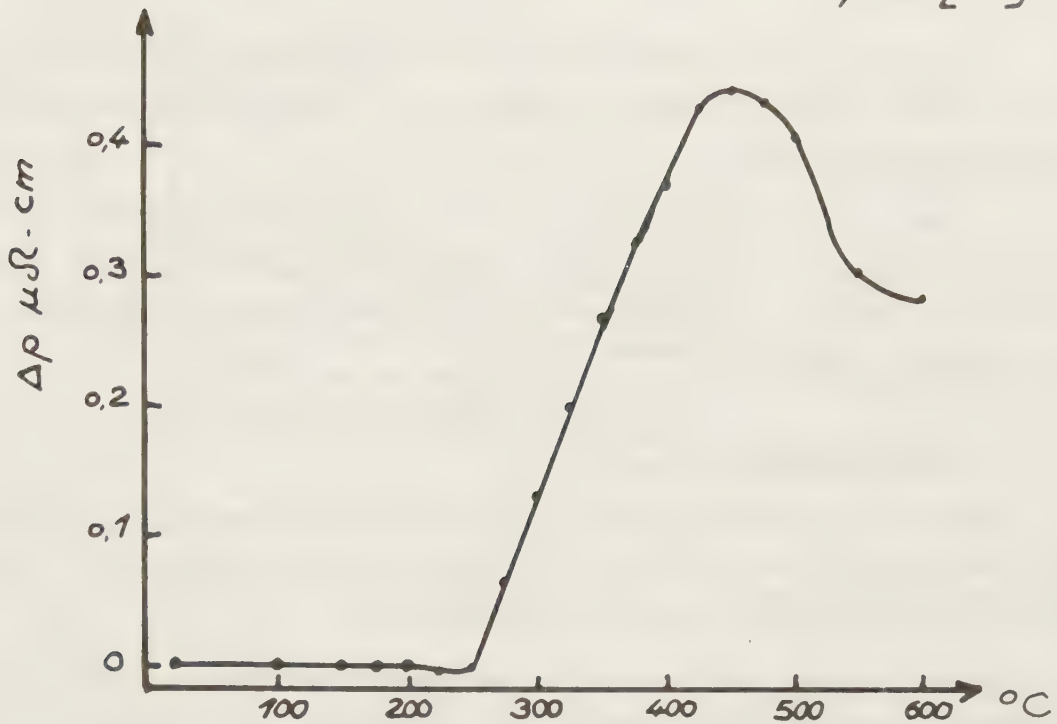
En résumé, on peut noter que des alliages de cuivre et d'aluminium, de teneurs comparables à celles des alliages que nous avons étudiés, présentent, dans la gamme de température 200, 300°C, des anomalies d'autant plus accusées que la teneur en aluminium est plus élevée. Ces anomalies sont généralement attribuées à des variations d'ordre à courte distance.

4 - PROPRIETES MECANIQUES -

En dépit de l'intérêt suscité par les alliages cuivre-aluminium depuis leur découverte, intérêt motivé par les nombreuses applications de ces alliages en particulier, à la construction de matériels soumis à la corrosion, très peu de travaux ont été consacrés à l'étude de leurs propriétés mécaniques.

Fig 6

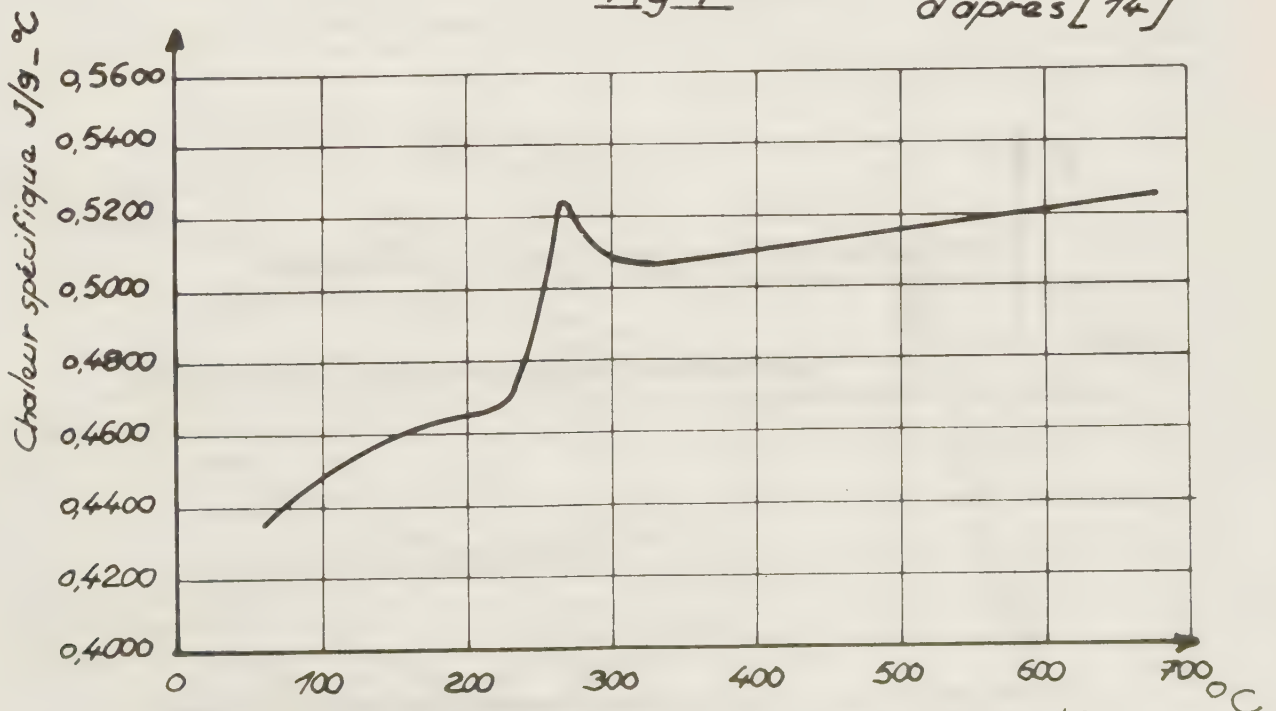
d'après [13]



Résistance électrique $\Delta\rho$ d'un Cu-Al à 15% d'aluminium préalablement refroidi à partir de 600°C puis chauffé à $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ aux différentes températures et refroidi à l'eau

Fig 7

d'après [14]



Courbe obtenue pour un alliage à 16,8 at% d'aluminium échauffé à $1,2^{\circ}\text{C}/\text{min}$

Lorsque l'on tente de faire le point sur cette question, on reste assez surpris de ne rencontrer que deux types d'études, d'objectifs assez différents.

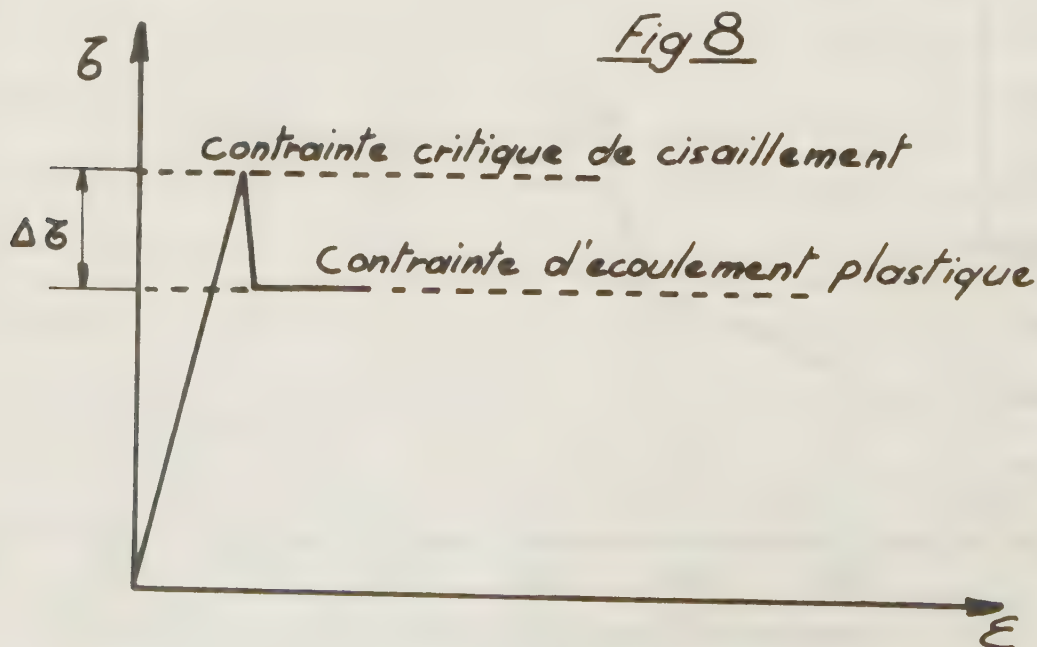
D'une part, les physiciens du solide choisissent les alliages cuivre-aluminium comme support d'études des mécanismes de déformation des structures cubiques à faces centrées.

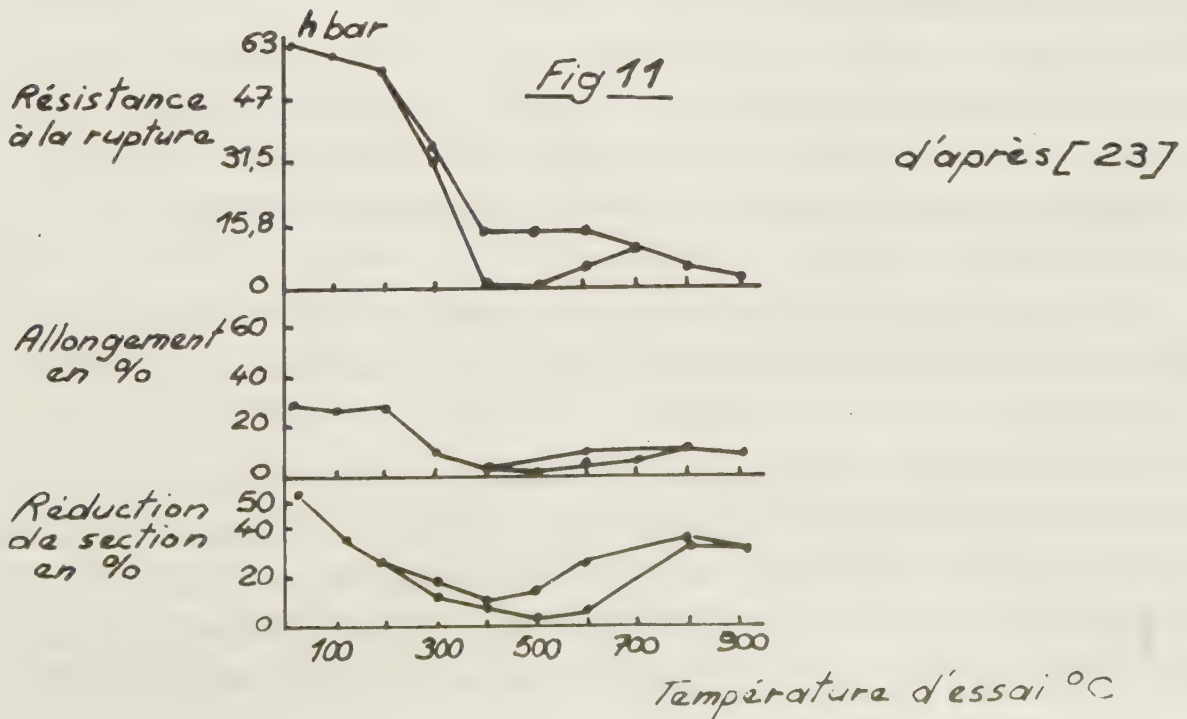
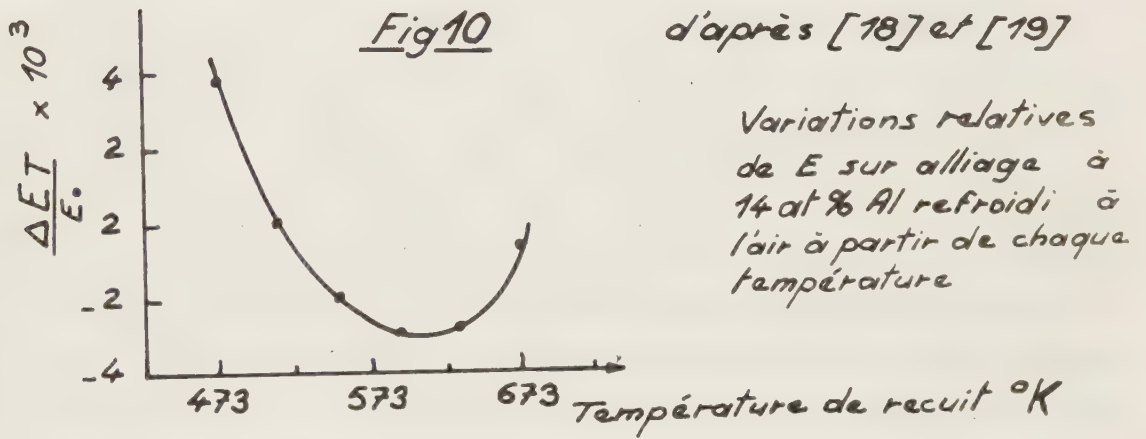
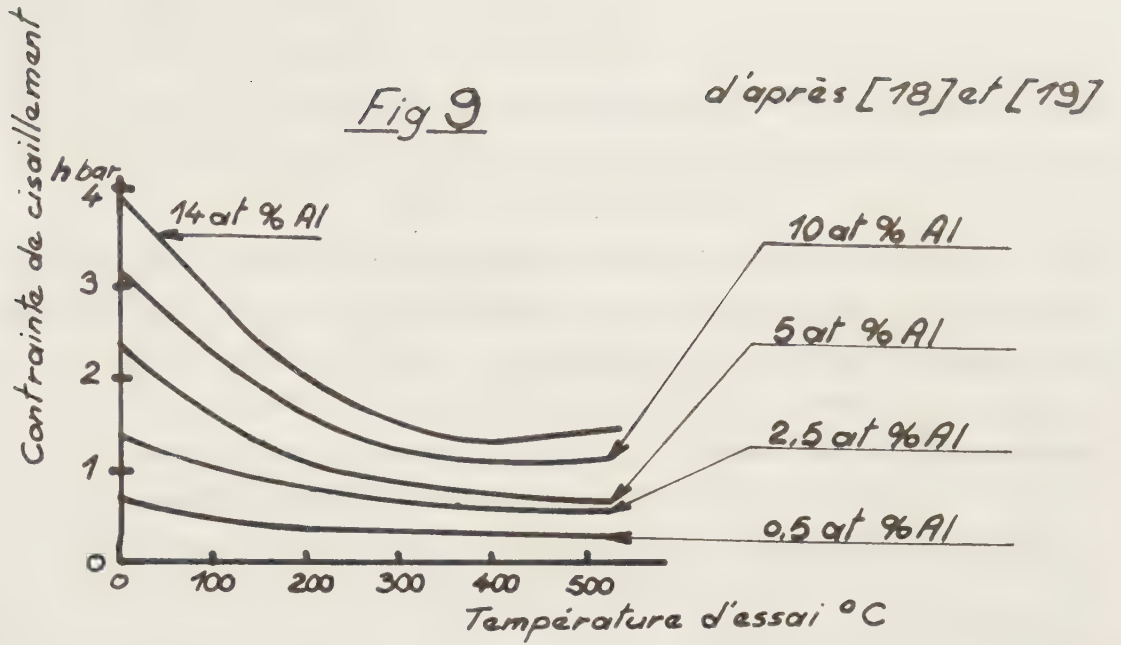
D'autre part, les constructeurs se limitent bien souvent à la mise au point de nuances, ou de traitements thermiques, capables de leur fournir des alliages soudables, résistant à la corrosion et possédant les meilleures caractéristiques possibles.

4,1 - Etudes physiques

En 1962, KOPPENAAAL et FINE [18][19] rendent compte d'études des propriétés mécaniques de monocristaux α d'alliages cuivre-aluminium, en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

Leurs travaux montrent que le module d'élasticité, la différence $\Delta\tau$ (Fig. 8) entre la contrainte critique de cisaillement et la contrainte d'écoulement plastique, ainsi que cette dernière contrainte, sont fonctions de la température d'essai, de la vitesse de déformation et de la teneur en aluminium (Fig. 9 et 10). L'influence de la température est observée en faisant varier soit la température d'essai, soit la température de recuit avant refroidissement rapide. Ils concluent que les variations du module d'élasticité et celles de $\Delta\tau$, en fonction de la température, peuvent être attribuées à la transformation ordre-désordre.





Par contre, ils montrent comme SCATTERGOOD et BEVER [58], que les variations de la contrainte d'écoulement plastique, en fonction de la teneur en aluminium et de la température, ne peuvent être attribuées à la transformation ordre-désordre. Ils pensent que ce phénomène est lié plutôt, à la sous structure agissant comme obstacle au mouvement des dislocations.

Poursuivant cette étude, KOPPENAAL [20] montre que la microdéformation de monocristaux α , de teneurs comprises entre 0,5 et 14 at % d'aluminium, est observable pour des contraintes τ_0 , bien inférieures à la contrainte correspondant au glissement facile. Il examine les variations de τ_0 avec la teneur en aluminium et la déformation plastique antérieure. Il estime alors que la valeur de cette contrainte τ_0 , dépend essentiellement de la longueur des arcs de dislocations libres, les atomes dissouts n'ayant qu'un rôle secondaire.

Par ailleurs, il met en évidence, au tout premier stade de déformation plastique (ϵ compris entre 10^{-6} et 10^{-4}), une phase de durcissement parabolique qu'il attribue à la formation de barrières de Lomer-Cottrell.

Un autre résultat obtenu par ce même auteur et relaté dans une publication plus récente [21], mérite d'être signalé. Etudiant l'influence de l'irradiation aux neutrons sur la valeur de la contrainte critique de cisaillement, il constate que pour un alliage à 14 At % d'aluminium, τ_0 demeure inchangée sous l'effet de l'irradiation. Pourtant HOUSKA et AVERBACH [11] avaient montré que les paramètres d'ordre à courte distance variaient avec le taux d'irradiation de cette solution solide. KOPPENAAL conclut, par conséquent, que les variations d'ordre à courte distance n'influent pas sur la contrainte d'écoulement plastique.

4,2 - Etudes technologiques

Pour les fabricants et les utilisateurs, les alliages cuivre-aluminium apparaissent comme des alliages pourvus de bonnes propriétés mécaniques, souvent comparées à celles des aciers, mais les données disponibles dans ce domaine correspondent presque toujours à des nuances de composition bien particulières, élaborées en vue d'un emploi très défini.

Quelques généralités sont à notre disposition dans l'ouvrage de MACKEN et SMITH : "The Aluminium Bronze" [22], tandis que des études plus détaillées sont publiées par les soudeurs.

Ainsi, CLEWS [23], cherchant à déterminer un métal d'apport présentant les meilleures caractéristiques possibles, étudie la résistance à la traction d'éprouvettes prélevées dans un cordon de soudure, déposé à cet effet. Ses essais, d'un type un peu particulier, portent sur des alliages contenant 6 à 8 % d'aluminium et 1,5 à 3,5 % de fer en masse, refroidis très rapidement

et ramenés à la température d'essai à la vitesse de 100°C par seconde.

Les courbes obtenues montrent une réduction de résistance et de ductilité entre 200 et 400°C, les propriétés mécaniques devenant meilleures au-delà de 600°C (Fig. 11).

D'autres alliages, contenant divers éléments d'addition, sont étudiés dans les mêmes conditions, toutes les courbes indiquant la même tendance à la fragilité entre 300 et 600°C. Il faut noter cependant que pour des températures inférieures à 500°C, la ductilité augmente avec la teneur en aluminium, tandis que le fer, qui accroît la résistance de l'alliage à toutes températures, élève sa ductilité à l'ambiante mais la réduit entre 300 et 600°C.

En 1966, plusieurs articles ou conférences, consacrés à la présentation générale des alliages cuivre-aluminium, font allusion à leurs propriétés mécaniques.

TESSON [24] indique, par exemple, que les alliages monophasés α , de teneur en aluminium inférieure à 8 % en masse, supportent bien le travail à froid mais possèdent une certaine fragilité à chaud qui s'expliquerait par une faiblesse des joints, plus chargés, selon lui, en aluminium que les grains.

En ce qui concerne les alliages complexes, cet auteur précise qu'ils possèdent des caractéristiques mécaniques plus élevées que celles des monophasés. Ils sont peu malléables à froid, en raison de la présence des phases autres que α et ne sont pas sensibles à la fragilité à chaud. Leur transformation s'effectue, par conséquent, à température élevée, dans le domaine β .

TIGEOT [1] présente également ces caractéristiques des alliages cuivre-aluminium et indique, lui aussi, le fait que les monophasés se travaillent mal à chaud, en précisant que le métal subit au-dessus de 600°C, une chute notable de résilience, par rapport aux niveaux atteints à 700 - 750°C. Il considère ce phénomène comme l'indice d'une relative fragilité.

Tout récemment encore, ces conclusions sont reprises par WEILL-COULY [2] d'une part, et BARBERY [25] d'autre part, ce dernier estimant que les alliages binaires monophasés sont corroyables à chaud, à condition de tenir compte du fait qu'ils présentent une fragilité dans une certaine zone de température, ce qui rend leur soudage assez délicat.

En résumé, les données actuelles relatives aux propriétés mécaniques des alliages cuivre-aluminium se rapportent essentiellement à des alliages très particuliers. Si l'on excepte quelques travaux consacrés à la recherche des relations existant entre la charge cyclique ou statique, le nombre de cycles aboutissant à la rupture et la température, lors d'essais de fatigue ou

ou de fluage [26][27][28] , l'étude systématique des variations de ces caractéristiques en fonction de la température, de la composition ou du mode de sollicitation reste peu avancée.

A fortiori, les mécanismes responsables de certaines anomalies, en particulier de la fragilité remarquée par plusieurs auteurs, restent à déterminer.

Chapitre 2

TRACTION

1 - MACHINE DE TRACTION -

1,1 - Description de la machine

1,11 - Généralités

Cette machine TESTATRON est formée de deux grands ensembles :

a) Ensemble de commande et d'enregistrement électronique des efforts et des allongements (photo 1).

b) Ensemble de travail mécanique formé d'un bâti et d'un équipage mobile (photo 2)

Le bâti inférieur contient un moteur et une boîte de vitesse qui transmet un mouvement de rotation aux deux vis d'entraînement de la traverse supérieure. Ces vis ont un diamètre de 45 mm et un filetage à profil carré de pas 10 mm.

La traverse mobile, qui supporte le dynamomètre électronique, est guidée par quatre barres de 50 mm de diamètre. La course totale de la traverse est de 1 000 mm.

c) Cette machine offre de larges possibilités de vitesse et de sensibilités d'efforts et d'allongements. Elle permet, en outre, de faire des essais de traction, de compression ou de traction-compression.

1,12 - Performances

a) La mesure des efforts se fait par l'intermédiaire de dynamomètres électroniques, dont la précision est de $\pm 1\%$. La charge maximale de la machine est de 10 000 daN, la sensibilité minimale est de 200 daN à pleine déviation, soit 250 mm sur le papier d'enregistrement.

Nous disposons de deux dynamomètres dont les sensibilités sont :



Photo 1

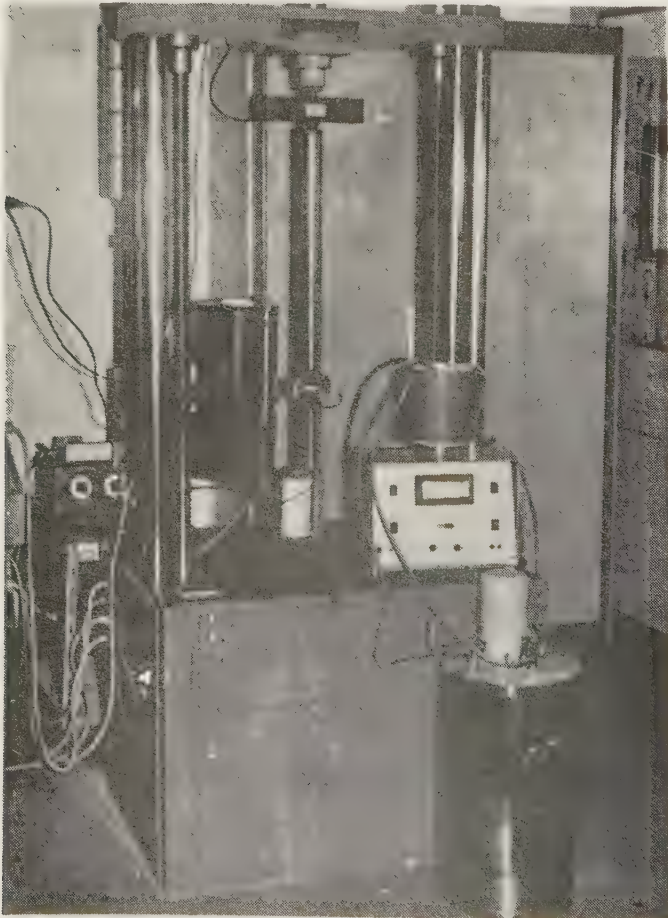


Photo 2

200 , 500 , 1 000 daN pour le premier
2 000 , 5 000 , 10 000 daN pour le second

La sélection de la gamme choisie se fait à l'entrée de l'amplificateur intermédiaire entre le dynamomètre, d'une part, et le stylet d'enregistrement des efforts, d'autre part.

b) La vitesse de déplacement de la traverse est réglable en continu entre 0,0025 et 500 mm par minute.

L'étendue de cette gamme de vitesse est couverte par trois domaines, dont la sélection se fait par la boîte de vitesse. Ces trois domaines sont respectivement :

de	5	à	500 mm par minute
de	0,2	à	20 mm par minute
de	0,0025	à	0,25 mm par minute

Le contrôle de la vitesse de déplacement peut être effectué en utilisant un stylet annexe se déplaçant dans le sens transversal du papier d'enregistrement à 60 mm par minute.

c) La mesure et l'enregistrement des allongements peut se faire de plusieurs façons :

- La première méthode consiste à enregistrer le déplacement de la traverse, c'est-à-dire la rotation des vis d'entraînement par l'intermédiaire d'une liaison à selsyns. Le choix de l'amplification se fait par un jeu de réducteurs et d'embrayages, douze amplifications sont ainsi disponibles entre 1/5 et 200/1.
- La seconde méthode consiste à enregistrer les courbes d'effort en fonction du temps. La connaissance précise de la vitesse de déplacement de la traverse permet de calculer les allongements correspondants.
- Enfin, la troisième méthode utilise un extensomètre qui autorise des mesures d'allongement de l'éprouvette à 1 % près. Dans cette méthode, c'est l'éprouvette elle-même qui entraîne en translation deux paires de couteaux, distants de 25 mm et reliés à des noyaux plongeurs. Les amplifications obtenues avec cet extensomètre peuvent atteindre 5 000 fois avec une longueur de base de 25 mm.

1,13 - Dispositifs d'obtention des températures

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques des alliages en fonction de la température, nous avons étudié et réalisé un appareillage de mise en température, d'une part pour les températures supérieures à l'ambiante et d'autre part, pour les basses températures. La gamme ainsi couverte s'étend de -196°C à $+600^{\circ}\text{C}$.

Dans tous les cas, le contrôle de la température est effectué à l'aide d'un thermocouple placé au contact de l'éprouvette.

1,131 - Températures élevées

En raison de ses qualités de régulation et de zone isotherme, nous utilisons un four ADAMEL CT5HT à régulation automatique.

La planche 1 représente l'installation générale permettant un positionnement convenable du four. Ce support autorise trois mouvements :

- rotation autour de l'axe AA'
- translation suivant l'axe x
- translation suivant l'axe z

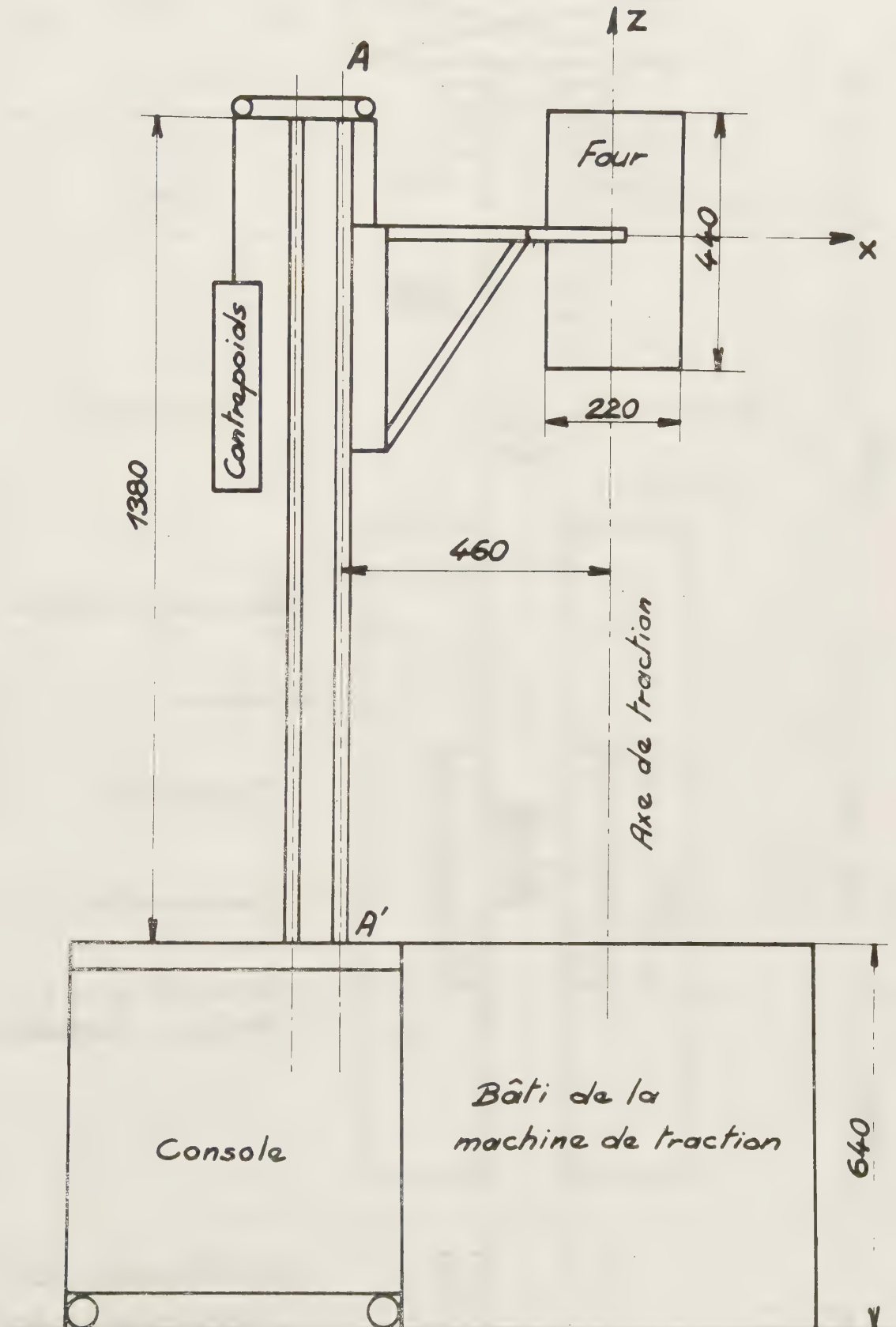
et permet donc un positionnement aisé du four dans l'axe de traction.

Les barres de traction (planche 2) sont en acier inoxydable de 50 mm de diamètre. Leur longueur est telle que l'éprouvette est au centre du four lorsque celui-ci est en position basse et à l'extérieur du four en position haute.

Par ailleurs, la forme des mordaches (planche 3) permet un montage et un démontage rapides de l'éprouvette afin d'éviter les pertes de chaleur et le refroidissement des barres de traction.

Enfin, pour éviter l'oxydation de l'éprouvette et permettre les observations micrographiques ultérieures, nous avons effectué un balayage d'argon U, en projetant un jet réchauffé directement sur l'éprouvette.

Planche 1



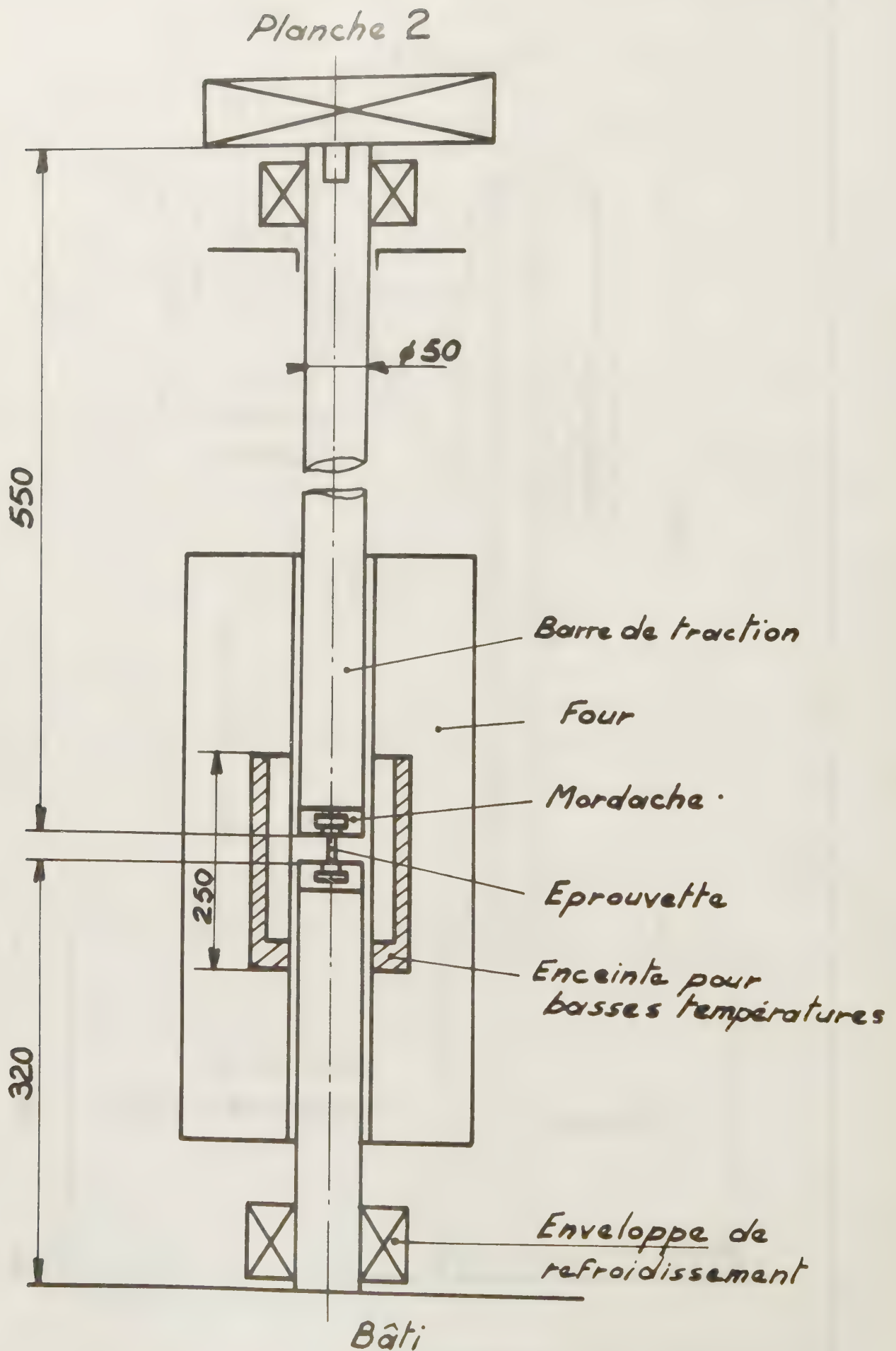
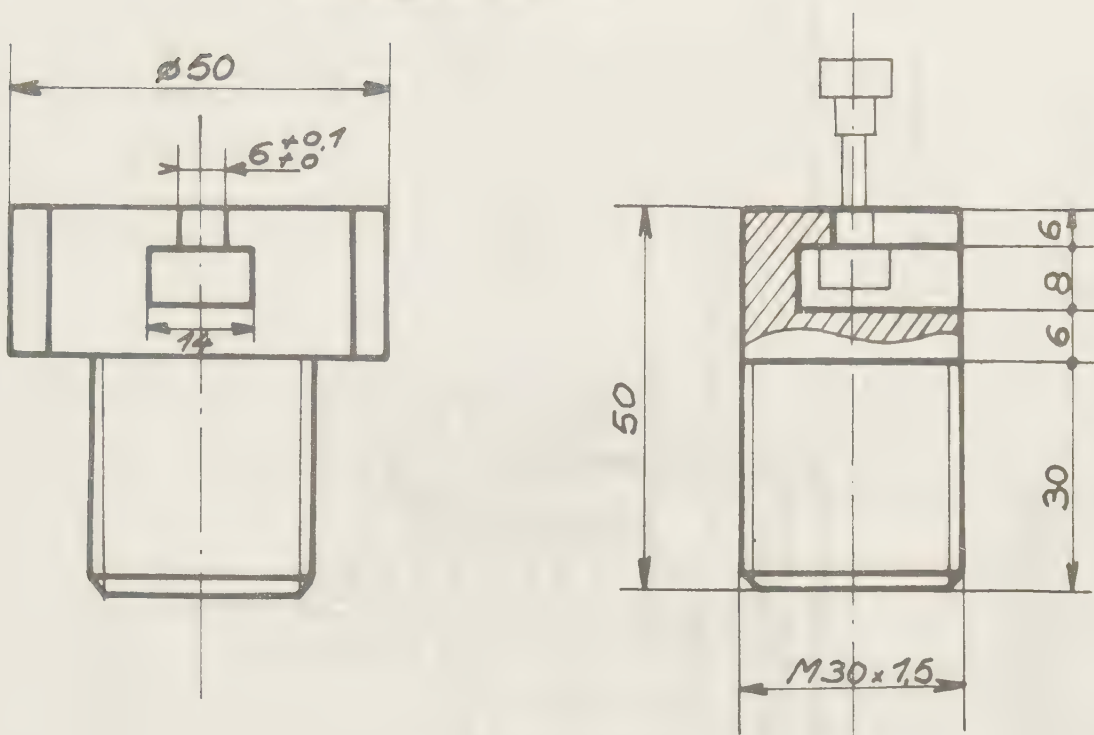


Planche 3



1,132 - Basses températures

L'obtention des basses températures se fait (planche 4) par le refroidissement d'un liquide intermédiaire, en l'occurrence du pentane technique. Ce pentane, refroidi par une circulation d'azote liquide dans un échangeur, est envoyé dans l'enceinte isotherme où se trouve l'éprouvette. L'affichage et la régulation de la température à $\pm 2^\circ\text{C}$ se fait sur le coffret de commande de l'électro-vanne.

La position de l'enceinte isotherme est indiqué sur la planche 2 et les détails du montage sur la barre de traction inférieure sont donnés sur la planche 5 qui montre en particulier le système d'étanchéité.

Comme dans le cas des hautes températures, ce dispositif permet un échange rapide des éprouvettes.

1,2 - Eprouvettes

1,21 - Dimensions

Les dimensions des éprouvettes indiquées sur la planche 6 ont été choisies pour plusieurs raisons :

a) Nous verrons que le dispositif de flexion ne permet pas d'utiliser des éprouvettes de fortes dimensions. En conséquence, il est préférable que la zone utile de l'éprouvette de traction ait une section qui se rapproche

REGULATION DE TEMPERATURE

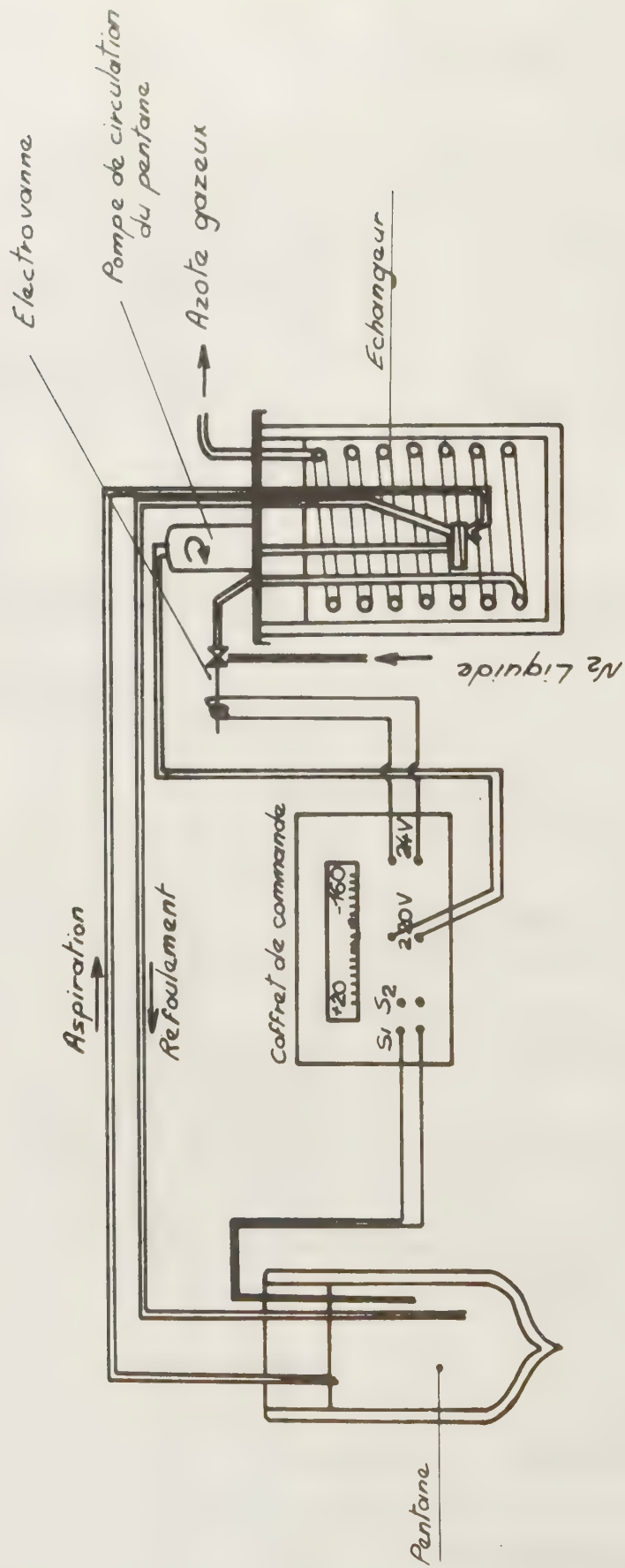
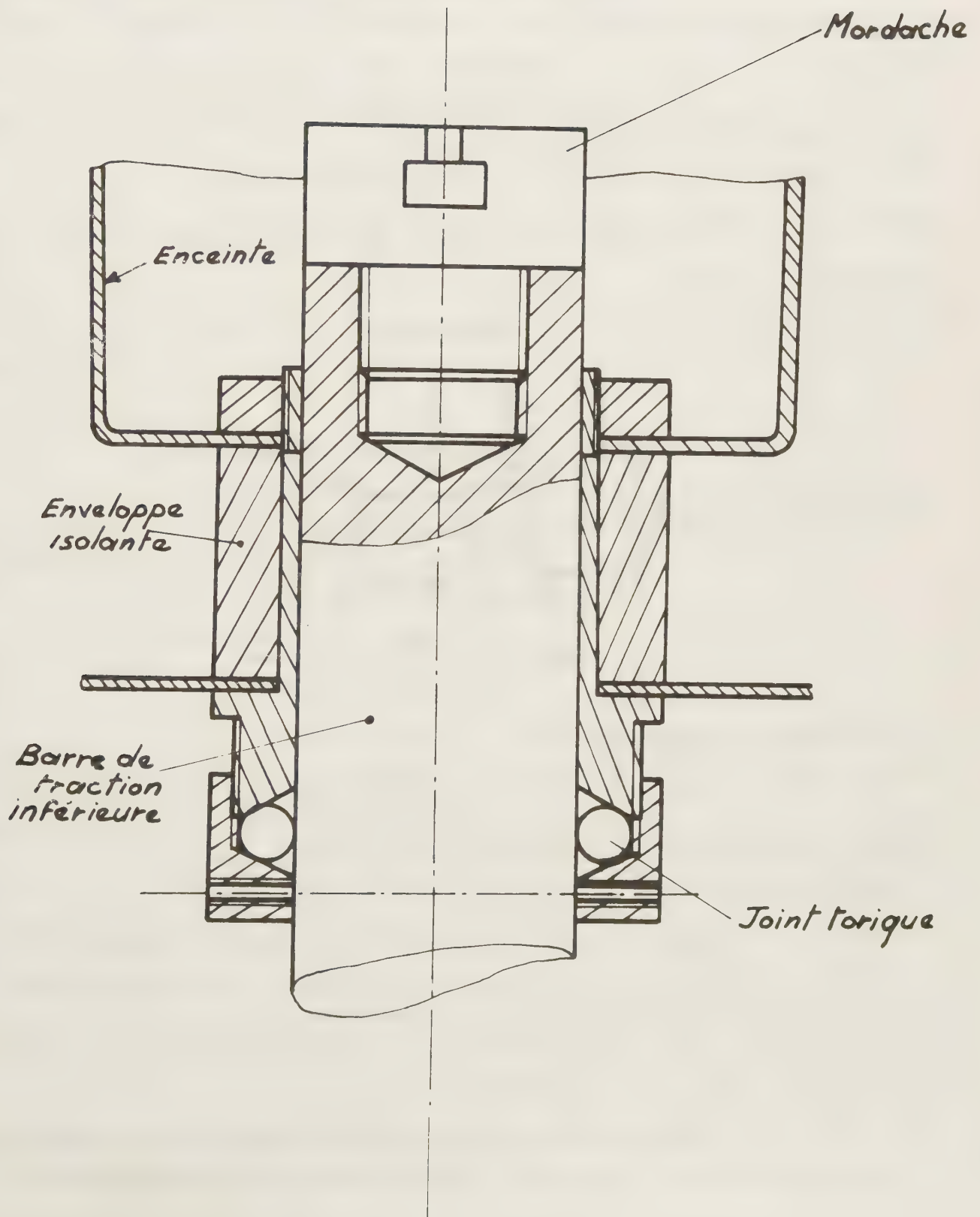


Planche 4

Planche 5



le plus possible de celle de l'éprouvette de flexion.

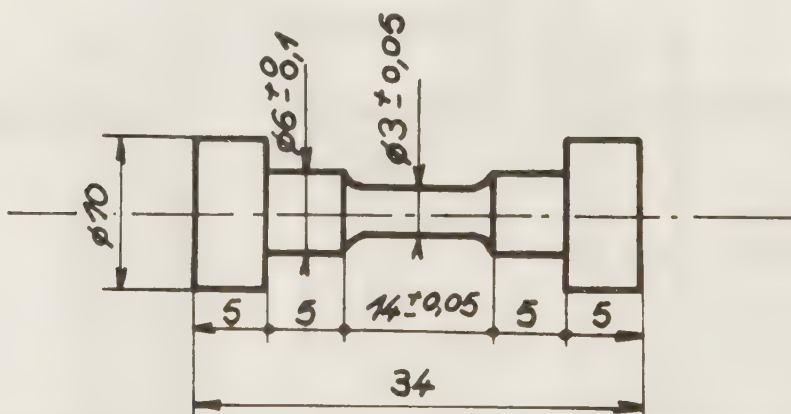
b) Il est plus facile d'obtenir une même température tout le long d'une éprouvette de longueur relativement faible. De même, l'oxydation est plus facilement évitée sur une éprouvette courte étant donnée la méthode utilisée.

c) L'usinage d'une éprouvette de diamètre 3 ou 4 mm, pose de gros problèmes techniques lorsque la longueur de cette éprouvette est grande.

d) Les axes de 6 mm de diamètre sont nécessaires pour centrer l'éprouvette dans les mordaches et permettent de plus l'usinage d'un congé de raccordement avec la zone utile de l'éprouvette.

e) Chaque éprouvette est mesurée avant essai, avec une précision de 1/100 mm.

Planche 6



1,22 - Préparation

Dans le but de faire des observations micrographiques de surface, les éprouvettes sont polies électrolytiquement en cellule, après polissage mécanique. L'électrolyte utilisé est de l'acide orthophosphorique à 75 % et la tension de 12 V environ.

Après rupture, l'une des parties rompues de l'éprouvette est utilisée pour l'observation au microscope électronique. Pour cela, nous déposons d'abord un vernis ONERA, aussi bien sur la surface de l'éprouvette que sur la surface de rupture. Nous pouvons obtenir ensuite, les répliques de carbone observables au microscope électronique.

L'autre partie de l'éprouvette est enrobée et sectionnée suivant un plan diamétral longitudinal. Elle est ensuite polie mécaniquement et

attaquée par une solution de chlorure ferrique puis observée au microscope optique.

1,23 - Nombre d'éprouvettes

Trois éprouvettes au minimum ont été rompues pour la détermination d'une valeur et tous les points caractéristiques d'une courbe ont été confirmés par deux ou trois éprouvettes supplémentaires.

1,3 - Généralités sur les essais de traction

1,31 - Classification des différents types de déformations

a) déformations élastiques |29||30|

Les principaux types de déformations élastiques sont résumés dans les schémas suivants (Fig. 12)

D'après CRUSSARD |29|, une élasticité non proportionnelle avec hystérésis instantanée correspond, en général, à un déplacement instantané et renversable des dislocations.

b) Déformations plastiques (Fig. 13)

Cette déformation plastique correspond d'après CRUSSARD |29| à un grand mouvement instantané, non renversable des dislocations qui restent bloquées, ce qui provoque souvent des décohésions locales.

1,32 - Caractéristiques mécaniques

1,321 - Limite élastique σ_E

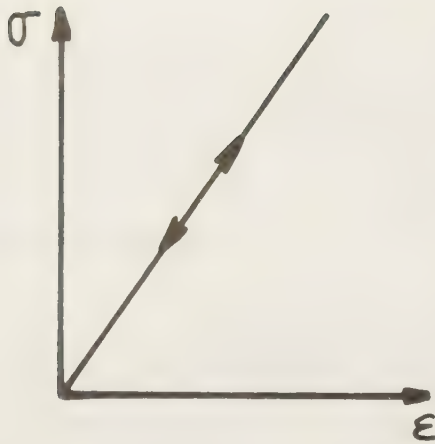
Par définition, la limite élastique est la contrainte maximale qui produit encore une déformation réversible. Au-delà de cette contrainte, les déformations deviennent plastiques.

VERNOTTE |31| a préconisé, pour déterminer cette limite, de tracer la courbe liant la déformation résiduelle ϵ_r à la contrainte maximale atteinte (σ_M de la Fig. 13). La courbe obtenue a, en général, l'allure reportée sur la Fig. 14.

La connaissance de σ_E n'est possible que par extrapolation de cette courbe, ce qui est quelquefois assez arbitraire.

En pratique, il est beaucoup plus facile de déterminer la contrainte produisant un allongement rémanent de n %. On définit alors la limite d'élasticité à n % d'allongement rémanent.

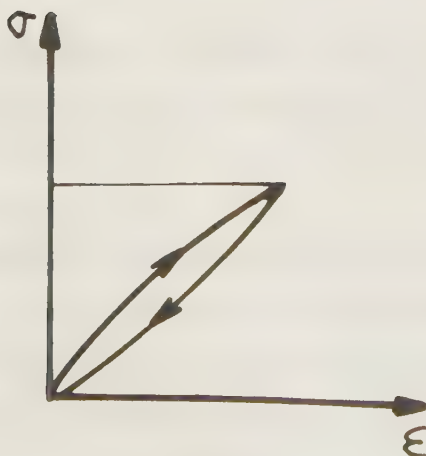
Fig 12



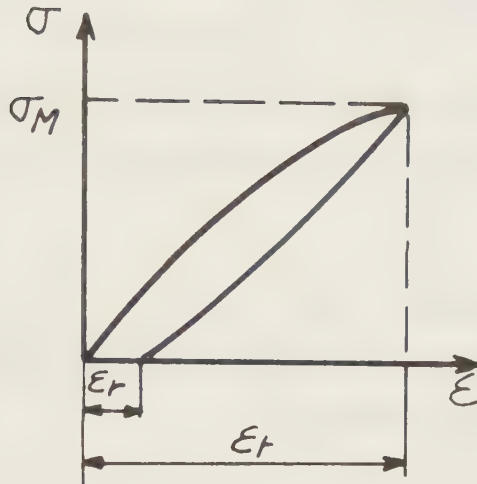
*Elasticité
proportionnelle*



*Elasticité
non proportionnelle
sans hystérésis*



*Elasticité
non proportionnelle
avec hystérésis instantanée*



Allongement rémanent
d'un alliage à élasticité
non proportionnelle

Fig 13

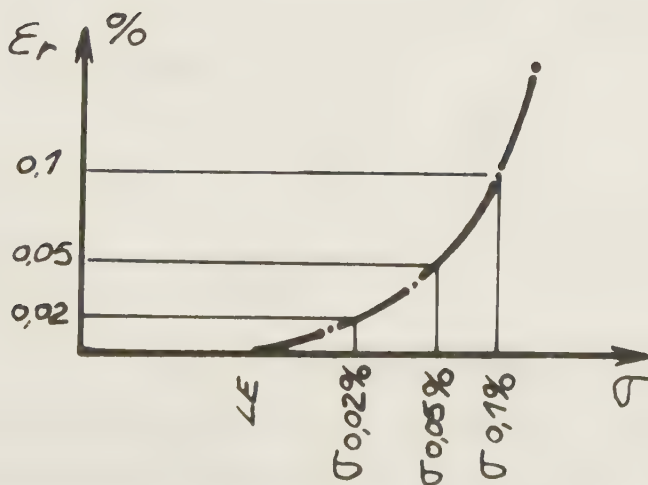


Fig 14

Cependant, de nombreux alliages courants (aciers par exemple) présentent un diagramme effort-déformation particulièrement intéressant (Fig. 15).

En effet, dans la partie OA du diagramme, les efforts sont proportionnels aux déformations. La contrainte au point A est appelée limite de proportionnalité et coïncide souvent avec la limite élastique σ_E

Enfin, lorsque l'amplification des déformations est relativement faible, le diagramme $\sigma(\epsilon)$ a l'allure du diagramme précédent, et cela, quelle que soit la déformation exacte (Fig. 16).

1,322 - Charge à la rupture σ_R

La charge à la rupture σ_R est la contrainte maximale atteinte sur le diagramme effort-déformation (Fig. 15).

1,323 - Module d'élasticité E

a) Définition fondamentale

En traction, le module d'élasticité E est aussi appelé module d'Young et par définition, E est la pente de la droite OA (Fig. 15). Donc pour une charge suffisamment faible, on le calcule par la relation :

$$E = \frac{\frac{\Delta F}{S}}{\frac{\Delta L}{L}}$$

Sans erreur importante, on l'obtient par :

$$E = \frac{\frac{\Delta F}{S_0}}{\frac{\Delta L}{L_0}}$$

S_0 et L_0 étant respectivement la section et la longueur initiales de l'éprouvette.

b) Modules tangents et modules sécants

La Fig. 17 permet de définir trois modules d'élasticité et chacun d'eux correspond à un mode de sollicitation bien particulier.

Nous trouvons en premier lieu le module tangent à l'origine E_0 . C'est le module à considérer lorsque la contrainte reste très faible autour de l'origine.

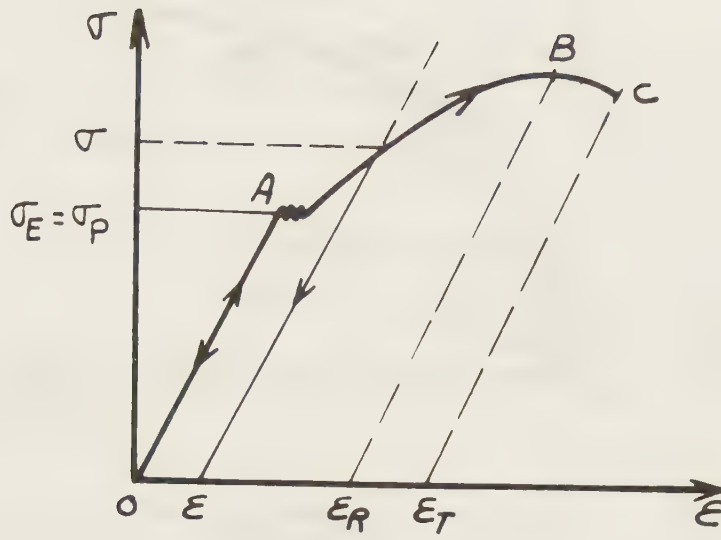


Fig 15

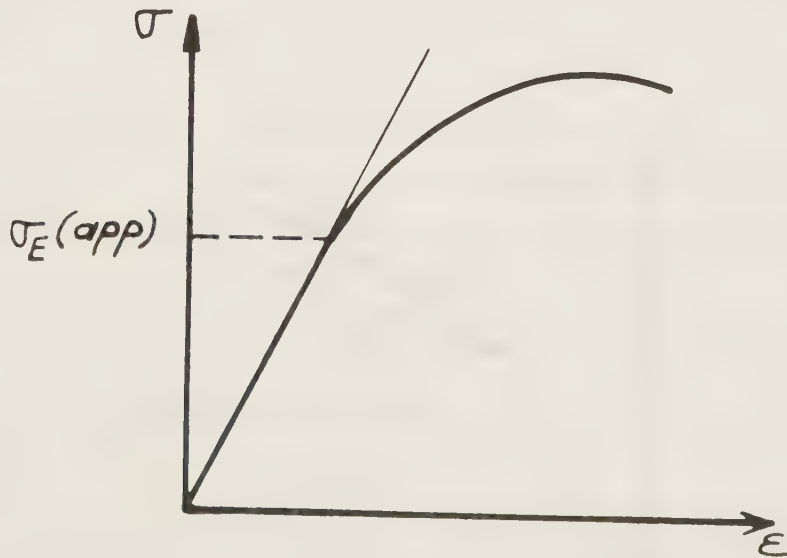


Fig 16

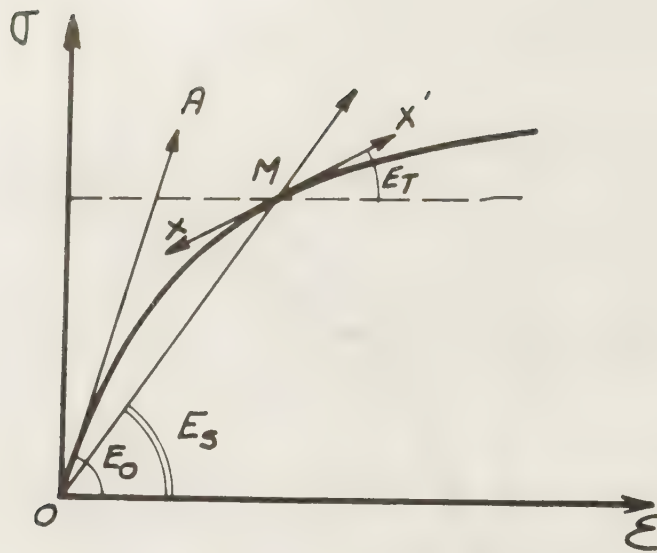


Fig 17

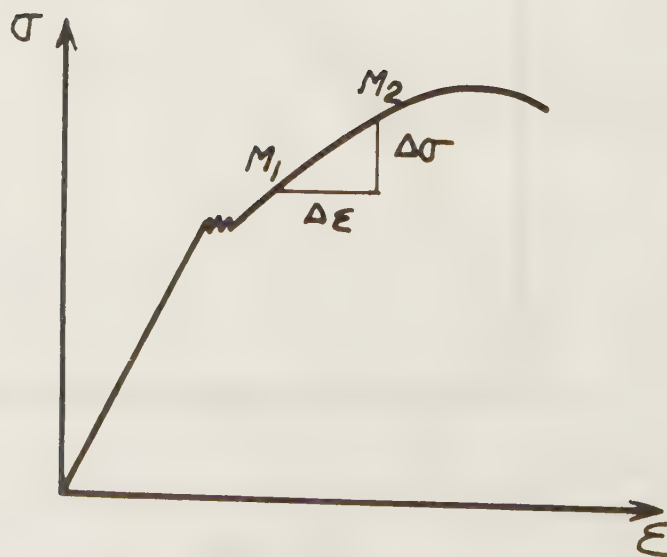


Fig 18

Il y a ensuite le module sécant E_s pour une contrainte donnée σ_1 . C'est aussi la pente de la droite OM qui dépend donc de la contrainte atteinte. On tient compte de ce module sécant lorsque la contrainte varie entre 0 et σ_1 , contrainte élevée.

Enfin on définit le module tangent pour une contrainte donnée σ_1 . C'est la pente de la droite x'x, que l'on considère lorsque la variation de contrainte se fait autour de σ_1 .

1,324 - Allongement à la rupture A

Cet allongement se calcule en pour cent et représente l'allongement au point de rupture C (Fig. 15). On le détermine donc par :

$$A \% = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot 100 = 100 \epsilon_T$$

où : ΔL est l'allongement rémanent à la rupture
 L_0 est la longueur initiale
 ϵ_T est l'allongement unitaire à la rupture

1,325 - Allongement réparti A_r

Cette grandeur correspond à la déformation homogène maximale, sans striction. Elle représente l'allongement au point de charge maximale B (Fig. 15) et se calcule en pour cent.

1,326 - Taux de consolidation

Dans la zone de déformation plastique, du diagramme $\sigma(\epsilon)$, le taux de consolidation moyen représente la pente de la droite $M_1 M_2$ et il est égal par conséquent à $\frac{\Delta \sigma}{\Delta \epsilon}$ (Fig. 18).

1,33 - Courbes rationnelles

1,331 - Striction

D'une façon générale, nous savons que dans la partie BC du diagramme $\sigma(\epsilon)$ de la Fig. 15, il y a localisation de l'allongement dans une seule zone de l'éprouvette, c'est le phénomène de striction qui correspond à une instabilité mécanique.

Soit :

ℓ_0 la longueur initiale
 S_0 la section initiale
 ℓ la longueur à l'instant t de la déformation
 S la section à l'instant t de la déformation
 P la charge à l'instant t

Pour être rigoureux, l'allongement unitaire à l'instant t est la somme des augmentations élémentaires, c'est-à-dire :

$$\epsilon = \int_{\ell_0}^{\ell} \frac{d\ell}{\ell} = \ln \left(\frac{\ell}{\ell_0} \right) = \ln \left(1 + \frac{\Delta \ell}{\ell_0} \right) \quad (1)$$

Le volume de l'éprouvette est sensiblement constant durant la déformation plastique et, par conséquent :

$$S\ell = S_0 \ell_0 \quad (2)$$

$$\text{donc :} \quad \epsilon = \ln \left(\frac{\ell}{\ell_0} \right) = \ln \left(\frac{S_0}{S} \right) \quad (3)$$

En un point quelconque de la partie AC, on a :

$$P = S\sigma \quad (4)$$

$$\text{donc} \quad dP = Sd\sigma + \sigma dS \quad (5)$$

$Sd\sigma$ est l'accroissement de force dû à la montée plastique.

σdS est la diminution de force due à la déformation.

Par conséquent, si (σdS) devient supérieur à $(Sd\sigma)$, cela signifie que dP est négatif. C'est le cas de la striction.

1,332 - Corrections

La relation (4) permet d'écrire :

$$\sigma = \sigma_E \frac{S_0}{S} \quad (6)$$

et par conséquent $\sigma > \sigma_E$ quel que soit le point considéré.

Les relations (6) et (1) permettent, respectivement,

de calculer les contraintes et les allongements exacts, à un instant donné. On obtient alors les courbes rationnelles qui ne présentent plus de maximum (Fig. 19).

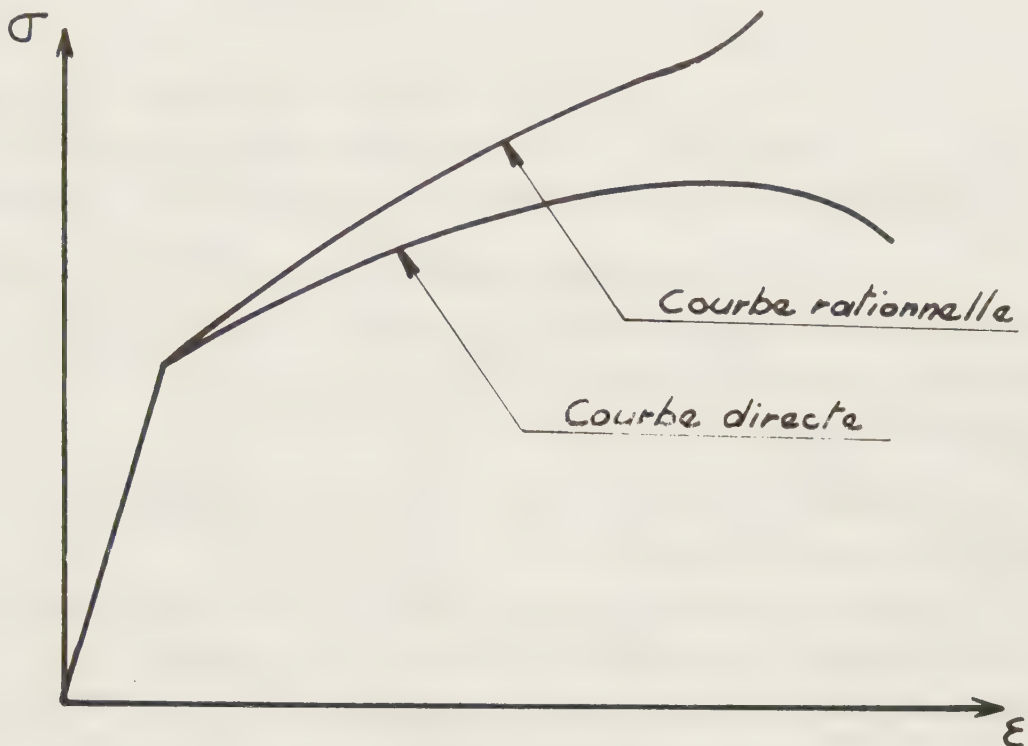


Fig 19

2 - ETUDE PRELIMINAIRE -

Cette étude consiste à déterminer quelques propriétés générales de nos alliages.

Dans une première partie, nous étudierons les déformations élastiques des trois alliages en utilisant une grande amplification des allongements. Ensuite, nous déterminerons, sur ces trois alliages, les traitements thermiques qui seront utilisés dans toute l'étude.

2,1 - Déformations élastiques

L'un des objectifs de cette étude étant de déterminer le module d'élasticité des alliages, il est nécessaire de disposer d'une méthode de mesure des allongements précise. Pour cela, l'usage de l'extensomètre est tout indiqué mais son emploi n'est possible qu'à température ambiante.

Les autres méthodes de mesures de l'allongement sont peu précises puisque l'on enregistre une somme de déplacements tels que :

- allongement de la zone utile de l'éprouvette
- allongement des axes de positionnement
- écrasement des têtes d'amarrage de l'éprouvette
- déformation de la machine

Pour pallier ces difficultés, nous pouvions essayer de déterminer, à l'ambiante, les corrections à apporter aux deux autres méthodes citées, pour que les résultats soient comparables à ceux que l'on obtient avec l'extensomètre.

Les essais effectués dans ce sens ont montré que les corrections à faire étaient trop nombreuses et délicates à évaluer pour que les résultats soient significatifs. Nous nous sommes donc limités à la détermination du module et de la déformation élastique à l'ambiante, avec l'extensomètre.

La figure suivante (Fig. 20) donne un exemple de diagramme effort-déformation obtenu sur l'alliage B.

Nous constatons qu'il s'agit d'un alliage à élasticité non proportionnelle avec hystérésis instantanée, les déformations plastiques étant également instantanées. De plus, chaque cycle d'hystérésis provoque un allongement rémanent supplémentaire. Pour une contrainte maximale, suffisamment faible, il semble que 10 cycles environ soient nécessaires pour stabiliser la déformation rémanente. Au-delà d'une contrainte, difficile à déterminer avec précision, la stabilisation des allongements, si elle existe, est beaucoup plus lente et correspondrait, par conséquent, à la limite d'accommodation [31] .

Remarquons, par ailleurs, la variation sensible de la pente des cycles d'hystérésis en fonction de la contrainte maximale atteinte. Ces pentes ne sont autres que les modules sécants.

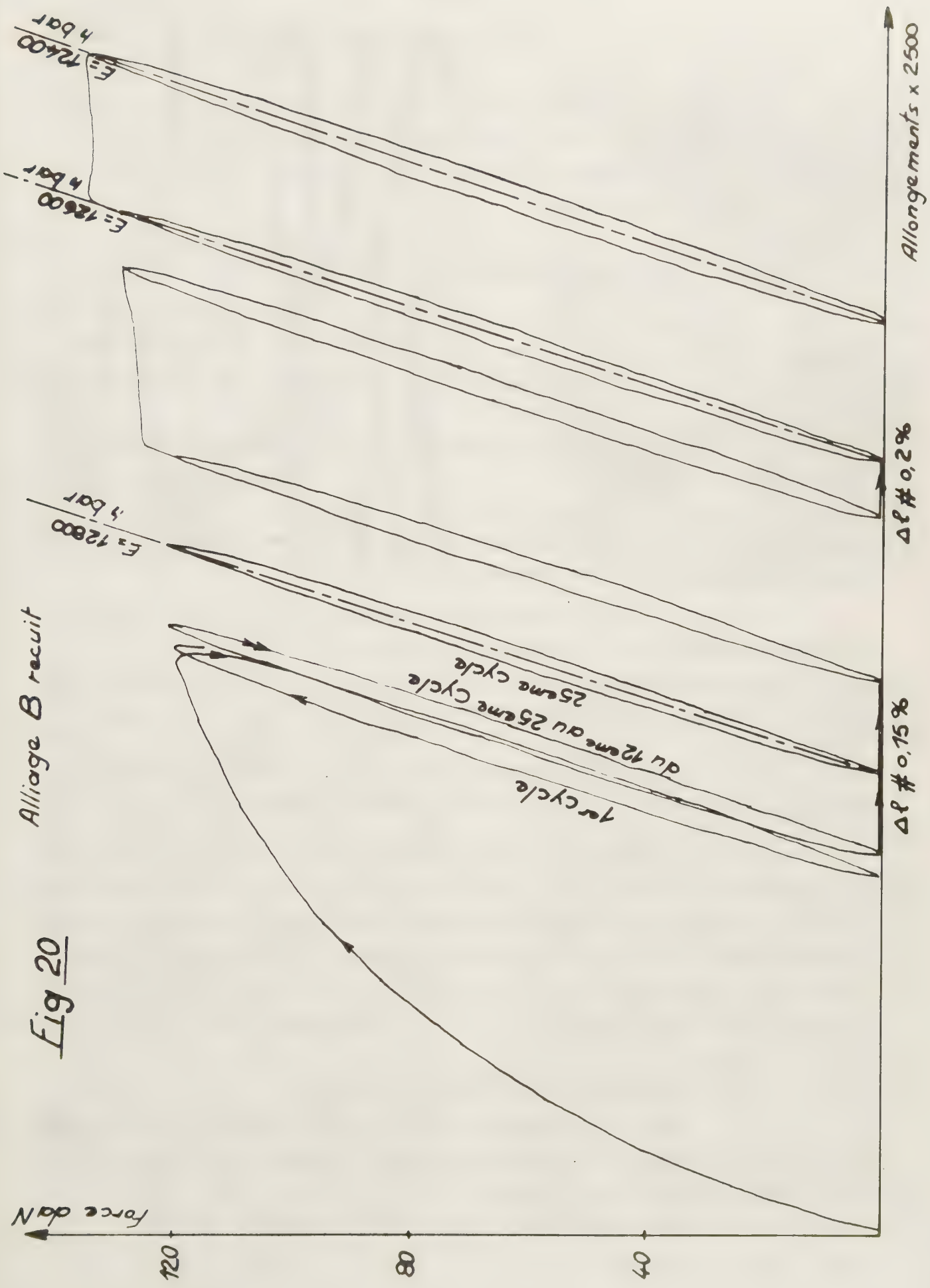
Enfin, les alliages A et C présentent des diagrammes effort-déformation semblables à ceux de l'alliage B.

2,2 - Traitements thermiques

2,21 - But à atteindre

a) Obtenir un traitement thermique susceptible d'effacer l'histoire des alliages et de donner des caractéristiques mécaniques identiques d'une éprouvette à l'autre.

b) Avoir une structure suffisamment stable sur les trois alliages, pour que les maintiens ultérieurs en température ne modifient pas les caractéristiques du métal.



Alliage B recuit

Fig 20

c) Ne pas faire grossir exagérément le grain.

Les deux dernières conditions étant contradictoires, nous sommes conduits à faire une étude de la vitesse de refroidissement, d'une part, et une étude de la température de maintien, d'autre part, pour déterminer les meilleurs paramètres possibles.

2,22 - Choix de la vitesse de refroidissement | 32 |

Dans cette première étude, nous avons fixé arbitrairement la température de maintien à 950°C pendant une heure. La vitesse de refroidissement varie entre 8°C par heure et la trempe à l'eau, en prenant neuf valeurs distinctes.

a) L'étude micrographique montre une évolution intéressante de la structure obtenue.

L'alliage A reste particulièrement stable, aussi bien en dureté qu'en structure. On voit simplement disparaître les fines bandes de déformation qui existent à l'état brut (micrographie 8)

Les alliages B et C présentent une structure granulaire equiaxe, uniquement si la vitesse de refroidissement est inférieure à 60°C par heure. D'autre part, les précipités de phase au fer et au nickel deviennent grossiers à 8°C par heure (Pour C, micrographies 1 à 4).

b) La Fig. 21 montre l'évolution de la dureté Vickers sur les trois alliages, en fonction de la vitesse de refroidissement.

La charge d'essai est de 20 daN pour les alliages B et C et 10 daN pour l'alliage A. Dans tous les cas, dix pointés de dureté permettent d'obtenir un point sur la courbe. Les courbes obtenues sont pratiquement horizontales pour les vitesses inférieures à 180°C par heure. De plus, nous avons vu que 60°C par heure est un maximum pour obtenir une structure granulaire. Aussi, nous avons choisi dans tous les cas 30°C par heure comme vitesse de refroidissement

2,23 - Choix de la température de maintien

Avec cette vitesse de refroidissement, nous étudions maintenant l'évolution de la dureté, des caractéristiques mécaniques et de la structure en fonction de la température de maintien.

Cette température varie entre 500 et 950°C, les temps de maintien étant de une ou de deux heures.



Mi 1 - $g \times 800$
C - brut de livraison



Mi 2 - $g \times 800$
C - R 240°C/h



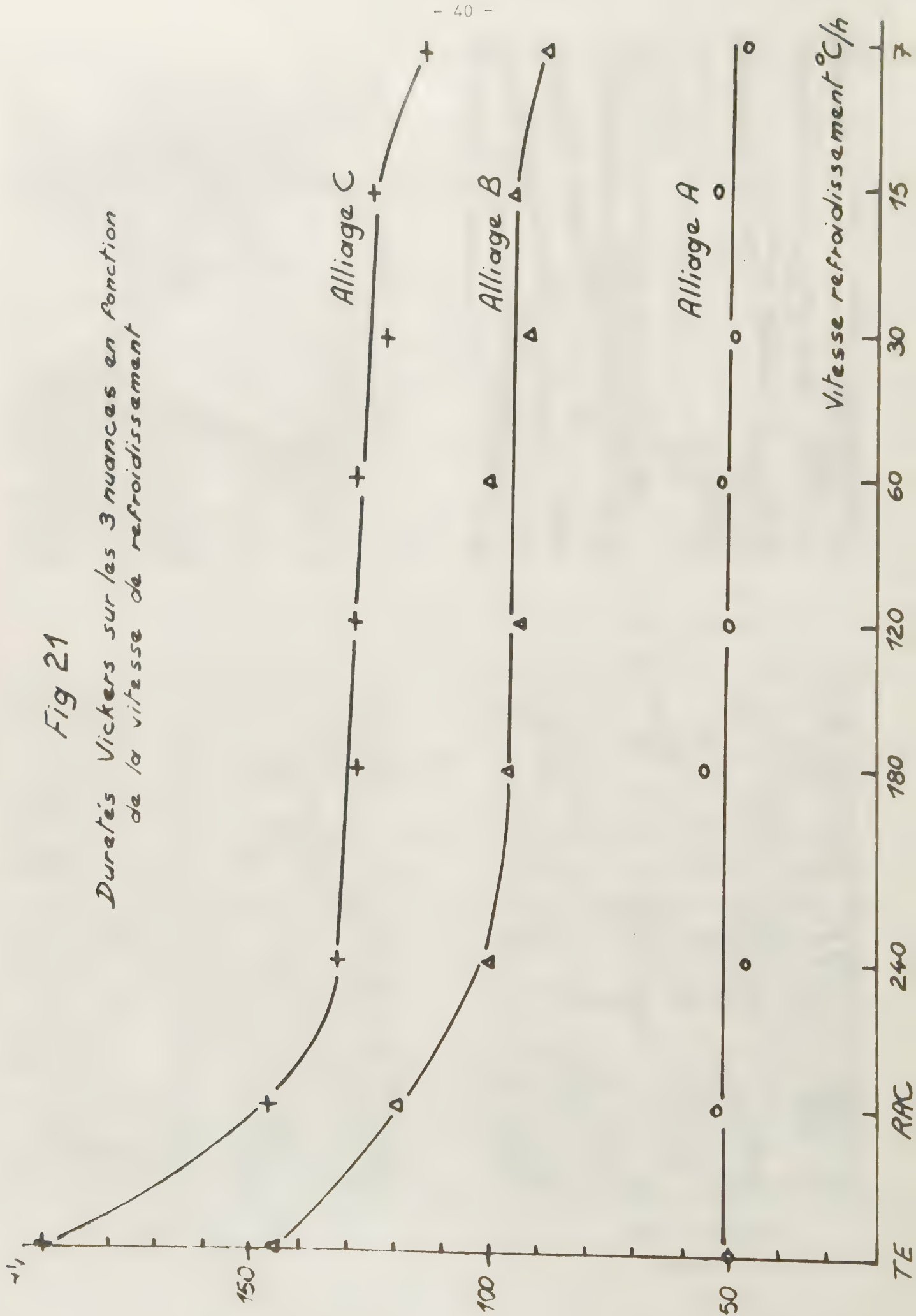
Mi 3 - $g \times 200$
C - R 30°C/h



Mi 4 - $g \times 200$
C - R 7°C/h

Fig 21

Duretés Vickers sur les 3 nuances en fonction de la vitesse de refroidissement



a) L'étude micrographique (les micrographies 5, 6 et 7 donnent l'exemple de l'alliage B) montre une grande évolution de structure en fonction de la température de recuit. La recristallisation devient complète aux températures supérieures à 850°C, alors que le grain α grossit nettement à 950°C, mais les différences sont très faibles entre un maintien de une heure et un maintien de deux heures.

La Fig. 22 montre les variations de dureté Vickers observées sur les alliages B et C en fonction de la température de recuit. Nous remarquons que la dureté reste constante entre 900 et 950°C.

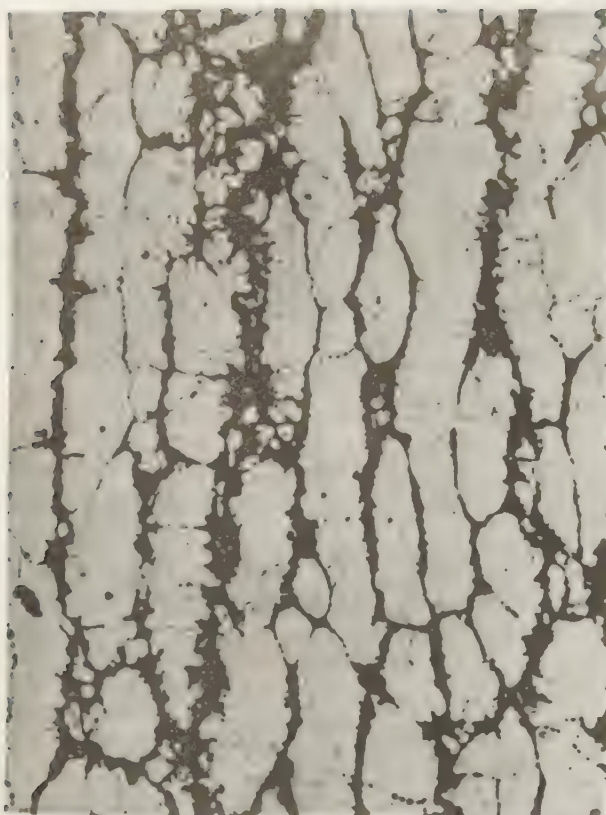
b) La détermination des caractéristiques mécaniques en traction va compléter ces premiers résultats. Pour cela, les éprouvettes sont d'abord recuites à 800, 850, 900 et 950°C pendant une heure. Les résultats obtenus sur les alliages B et C sont les suivants :

Alliage	$\theta^{\circ}\text{C}$	σ_E hbar	σ_R hbar	A %	Ar %
B	800	21	55	52,5	46
	850	16	51	60	54,5
	900	15,5	50	55	50
	950	15	49,5	54	50
C	800	34	68	23	19
	850	24	63	28	14
	900	19	59	35	33
	950	19,5	60	36	34

On observe sur les Figures 23 et 24 que toutes les caractéristiques calculées deviennent constantes entre 900 et 950°C, alors qu'elles varient dans d'assez grande proportions entre 800 et 900°C.

2,24 - Choix des traitements thermiques

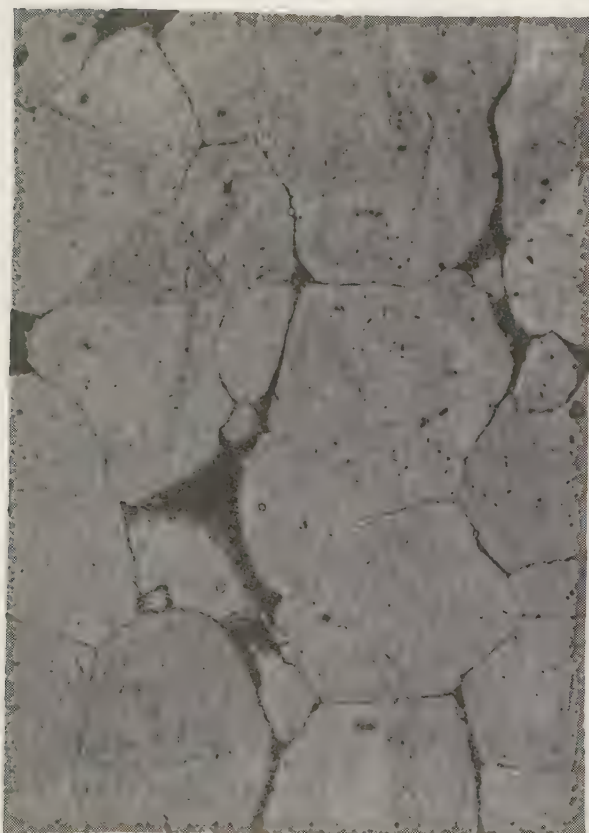
Sur les alliages B et C nous avons remarqué que la recristallisation se fait à partir de 850°C, que le grain ne grossit pas au-dessous de 950°C, que la dureté et les caractéristiques mécaniques restent constantes entre 900 et 950°C, aussi nous choisissons la température de maintien à 900°C. La durée du recuit est de une heure et la vitesse de refroidissement de 30°C par heure.



Mi 5 - $g \times 200$
B - $\theta = 500^{\circ}\text{C}$ R 30°C/h



Mi 6 - $g \times 200$
B - $\theta = 800^{\circ}\text{C}$ R 30°C/h



Mi 7 - $g \times 200$
B - $\theta = 900^{\circ}\text{C}$ R 30°C/h



Mi 8 - $g \times 50$
A - $\theta = 800^{\circ}\text{C}$ R 30°C/h

Fig 22

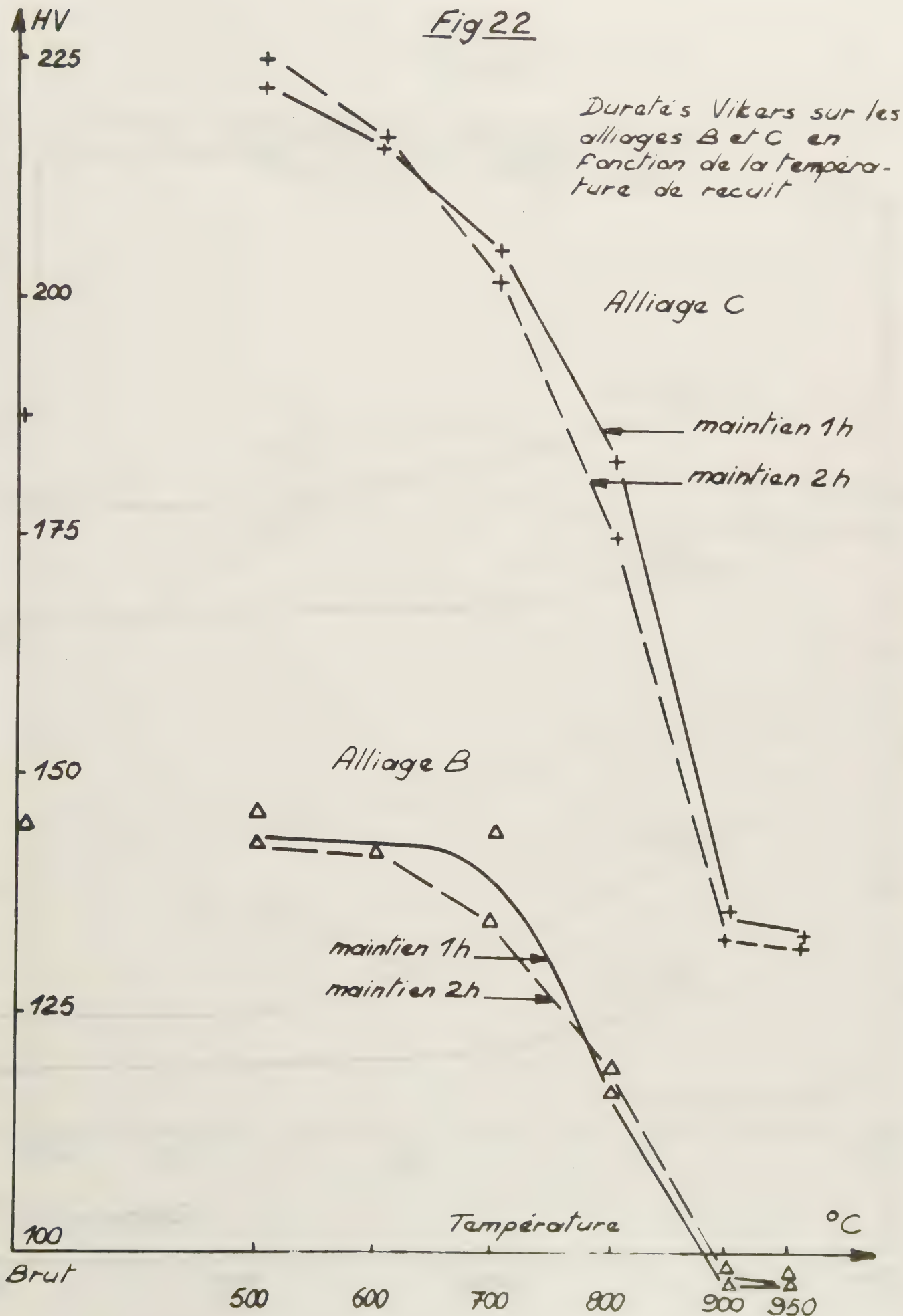


Fig 23

Limite élastique et charge à la rupture
des alliages B et C en fonction de la
Température de recuit

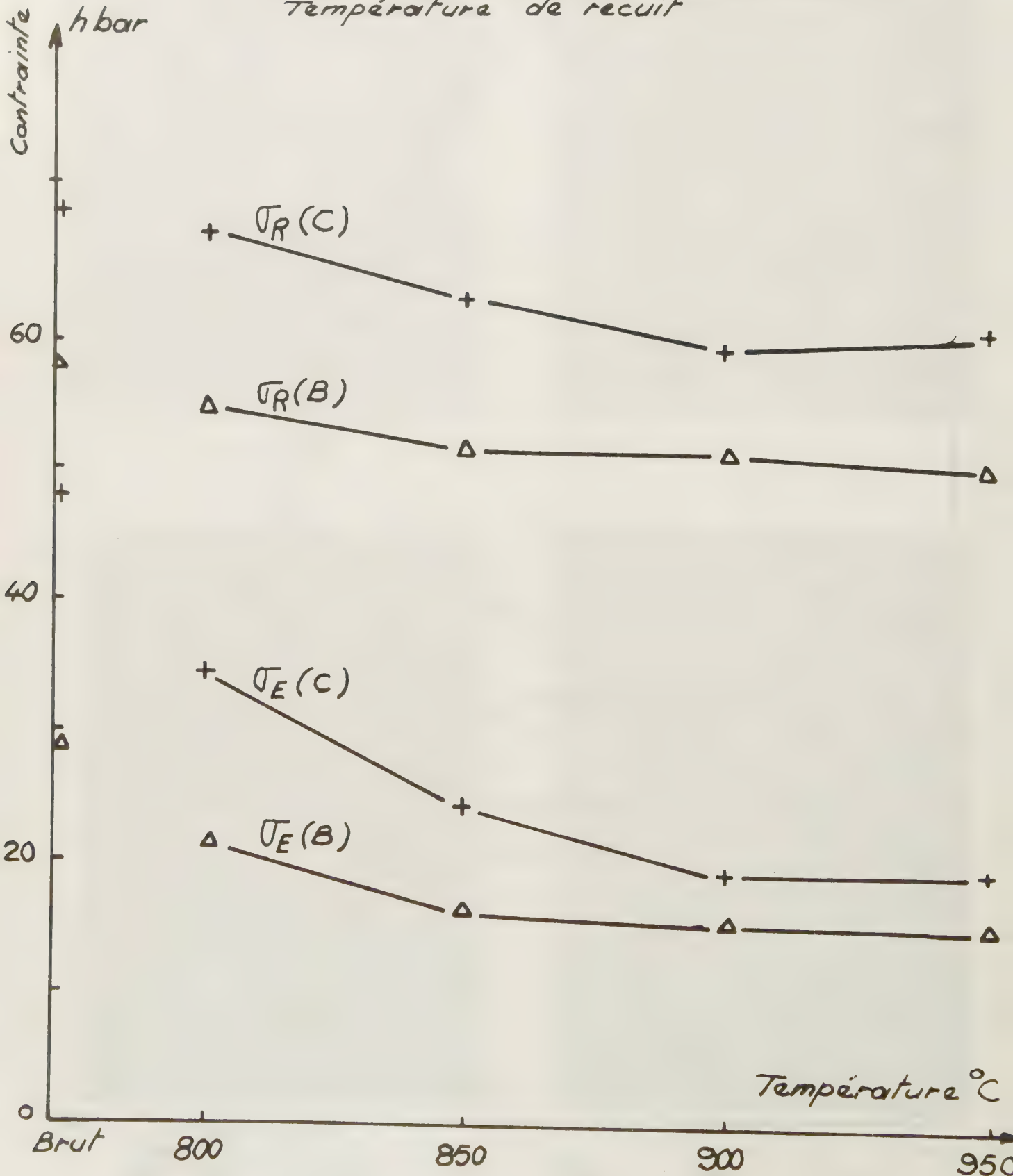
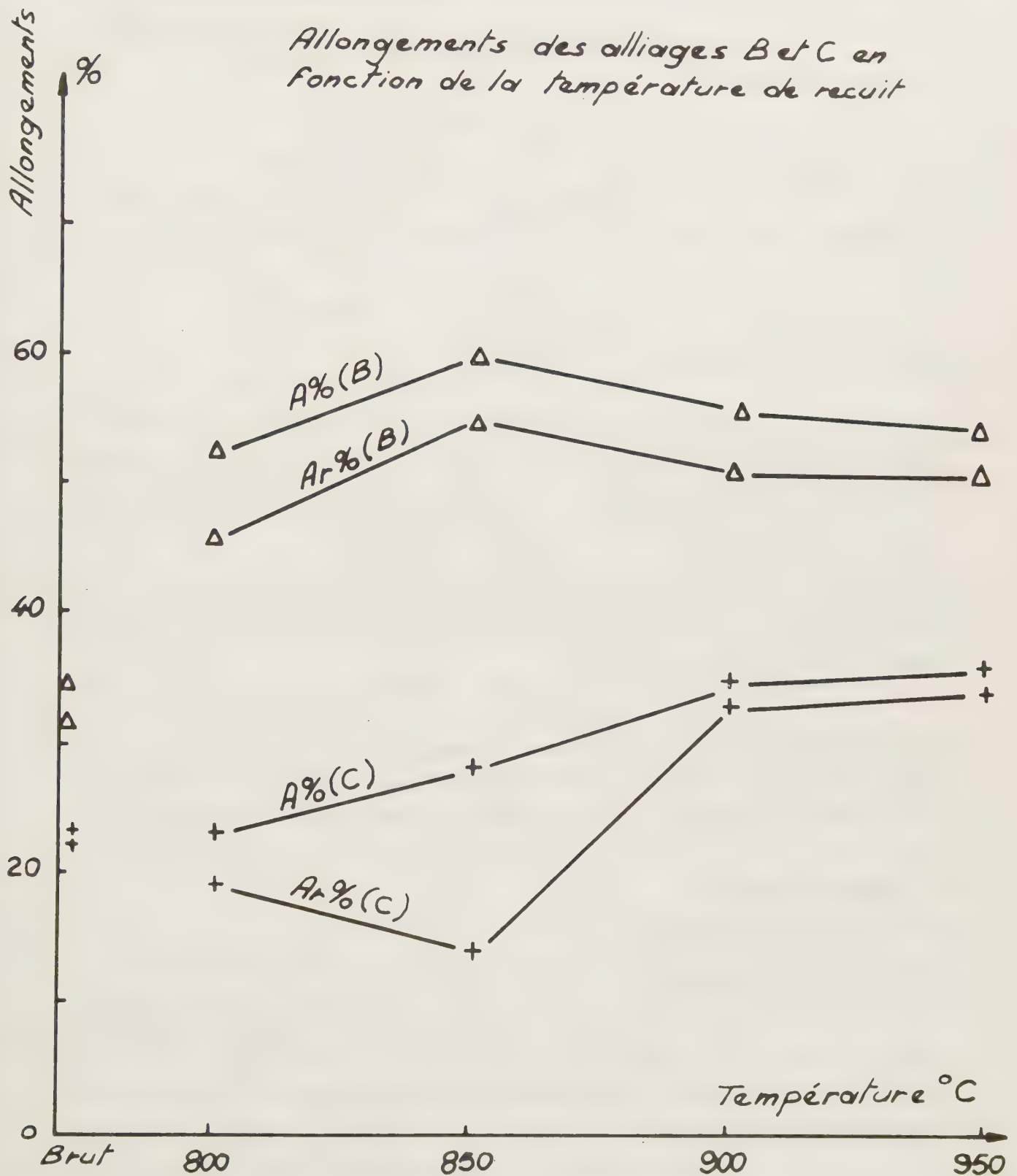


Fig 24

Allongements des alliages B et C en
fonction de la température de recuit



Sur l'alliage A, les essais précédents ne donnent pas de différences suffisantes pour être exploités. Par contre, la mesure des pentes des diagrammes effort-temps représente un moyen d'investigation intéressant.

Dans le tableau suivant, nous avons reproduit les mesures de pente sur l'alliage A :

:	:	:
: Eprouvette	: Moyenne des	:
:	: pentes en hbar	:
-----	-----	-----
: N° 1 brute	: 11 700	:
-----	-----	-----
: N° 2 brute	: 9 600	:
-----	-----	-----
: N° 1 recuite	: 8 800	:
-----	-----	-----
: N° 2 recuite	: 8 700	:
-----	-----	-----
:	:	:

Dans les deux premières lignes nous donnons les moyennes de huit mesures effectuées sur des éprouvettes brutes de livraison, où l'on remarque une différence de moyenne importante. Après recuit pendant une heure à 800°C et refroidissement à 30°C par heure, la moyenne des mesures devient pratiquement identique sur les deux éprouvettes. Le grain ne grossissant pas à cette température, nous adoptons ce recuit pour l'alliage A. Il présente alors (micrographie 8) une texture polyédrique maclée et sa structure est constituée de phase α allée contenant quelques précipités fins.

De même (micrographies 3 et 7), les alliages B et C présentent une texture granulaire. Ils ont une structure constituée, d'une part, de phase α allée, contenant de nombreux précipités de phase au fer et de phase Ni Al et d'autre part, d'agrégat α - phase ternaire au fer, nickel et aluminium.

3 - ESSAIS DE TRACTION -

3,1 - Courbes de traction

3,11 - Paramètres

Après l'étude préliminaire décrite précédemment et complétée par quelques essais, nous sommes arrivés aux conclusions suivantes :

a) La limite d'élasticité apparente est déterminée sur le diagramme effort-déformation.

b) La charge à la rupture est lue sur le cadran des charges.

c) La mesure des allongements s'effectue par l'enregistrement du déplacement de la traverse avec une amplification de 40 fois. L'erreur commise sur la mesure de l'allongement est alors négligeable par rapport à l'allongement de l'éprouvette.

d) Dans cette étude et après quelques essais, la vitesse de déformation de l'éprouvette est fixée à $0,5 \% s^{-1}$ soit 45 mm par minute. Cette vitesse est assez grande pour éviter une dérive thermique en cours d'essai et pour être comparable à la vitesse de flexion. Elle est d'autre part assez faible pour que l'enregistrement des déformations soit possible.

3,12 - Réseaux de courbes

Avec ces paramètres, nous enregistrons les diagrammes effort-déformation pour des températures comprises entre $-196^{\circ}C$ et $+500^{\circ}C$ et ce de 50 en $50^{\circ}C$. Les enregistrements obtenus sur les trois nuances sont reproduites sur les Fig. 25, 26 et 27

3,13 - Remarques

Sur les courbes précédentes, nous devons faire, dès maintenant, un certain nombre de remarques :

a) Le crochet à la limite élastique est en général très peu marqué aux basses températures. A partir de $50^{\circ}C$, il devient beaucoup plus net, surtout lorsque le phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER existe.

b) Le taux de consolidation est, en général, assez élevé, quelle que soit la température. La comparaison des trois réseaux met en évidence l'augmentation des caractéristiques mécaniques depuis l'alliage A jusqu'à l'alliage C, sous l'effet des éléments d'addition fer, nickel, manganèse.

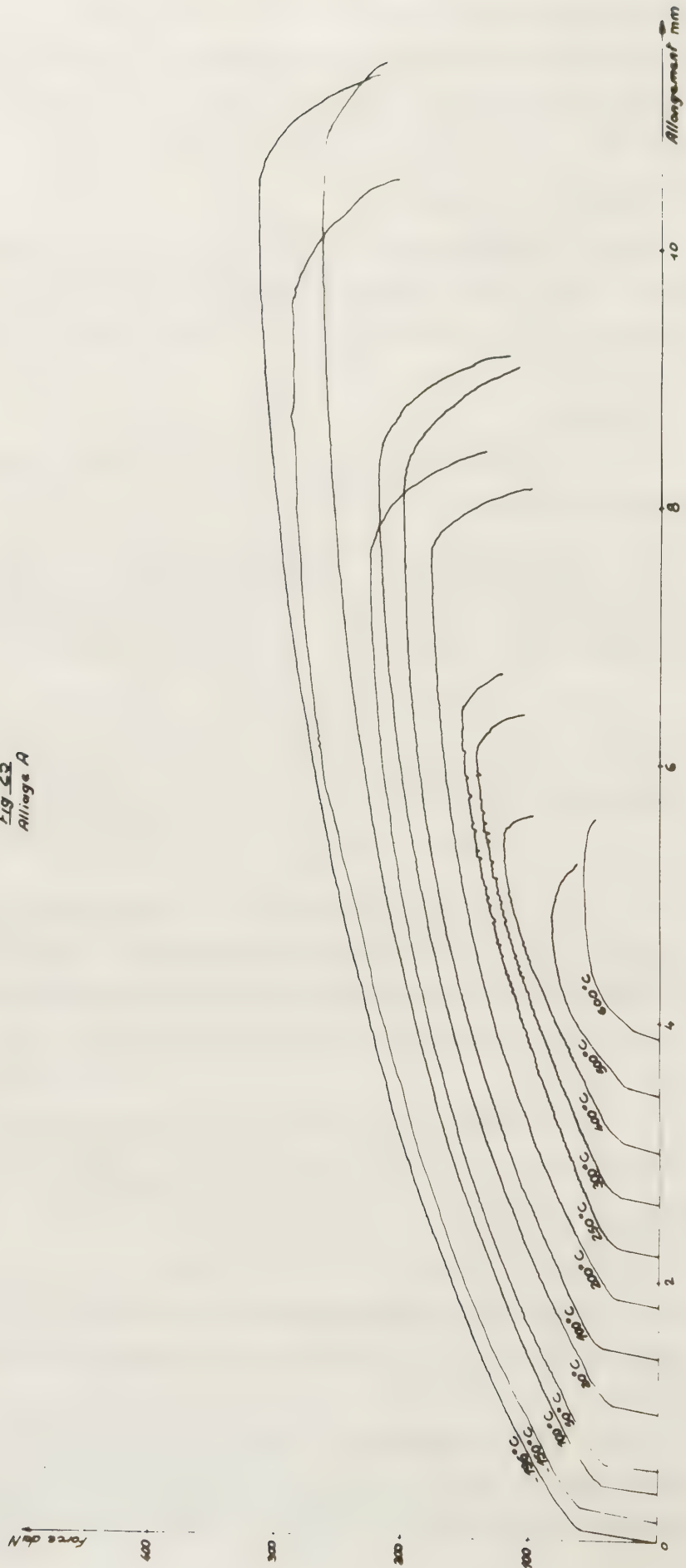
c) Le phénomène de PORTEVIN-LE CHATELIER est nettement observable sur l'alliage A, quelle que soit la température. Il est cependant moins marqué entre 50 et $200^{\circ}C$. Ce phénomène, très important entre 100 et $500^{\circ}C$ sur l'alliage B n'est vraiment visible sur l'alliage C qu'entre 100 et $300^{\circ}C$.

d) La forme des courbes indique la présence d'une striction plus ou moins importante sur l'alliage A pour toutes les températures. Cette striction disparaît entre 200 et $400^{\circ}C$ sur l'alliage B et de même entre 150 et $450^{\circ}C$ pour l'alliage C.

e) Les allongements semblent assez réduits sur l'alliage C, du moins par rapport à ceux que l'on observe sur les deux autres alliages.

f) Enfin remarquons la modification brutale de la forme des courbes à haute température. Elle est surtout visible sur l'alliage B à $450^{\circ}C$ et $500^{\circ}C$, sur l'alliage C à $500^{\circ}C$ et à un degré moindre sur l'alliage A à $500^{\circ}C$.

Fig. 23
Alliage A



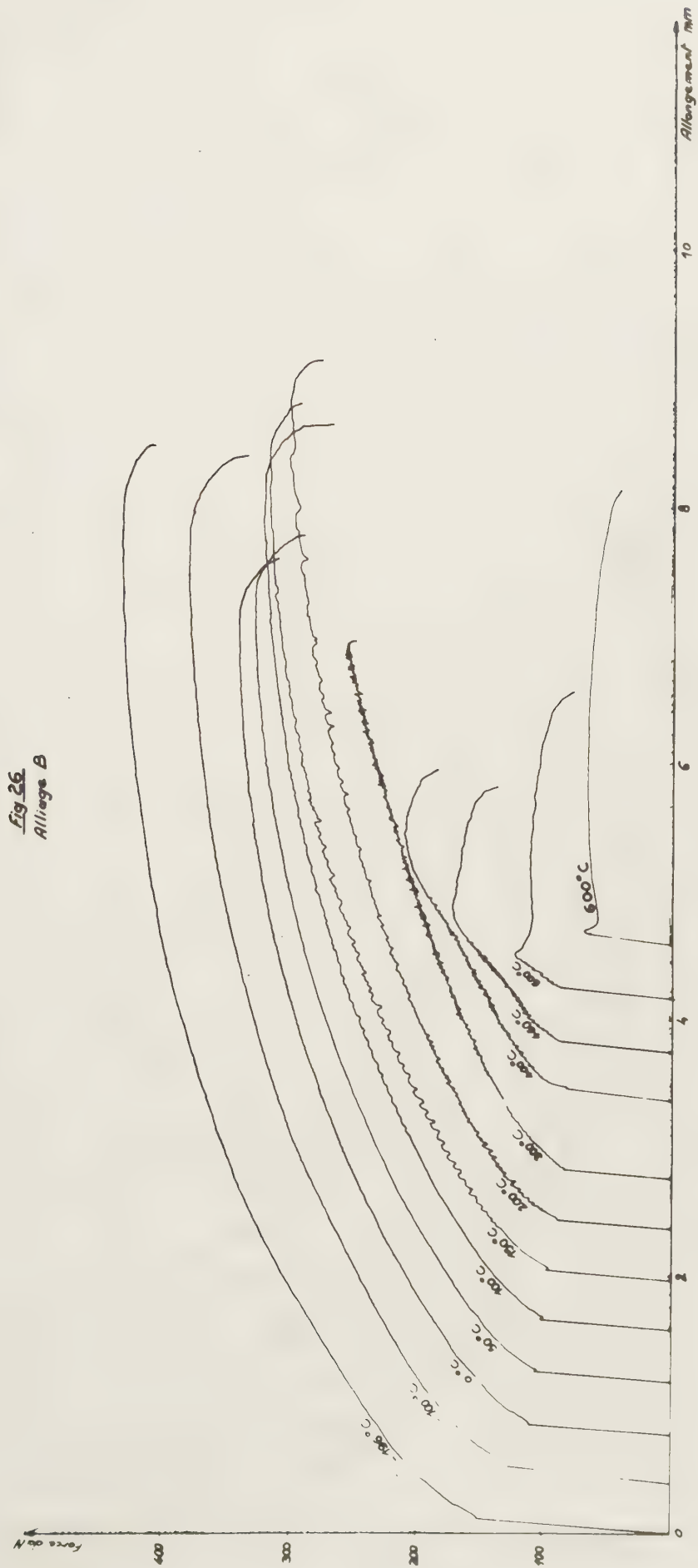
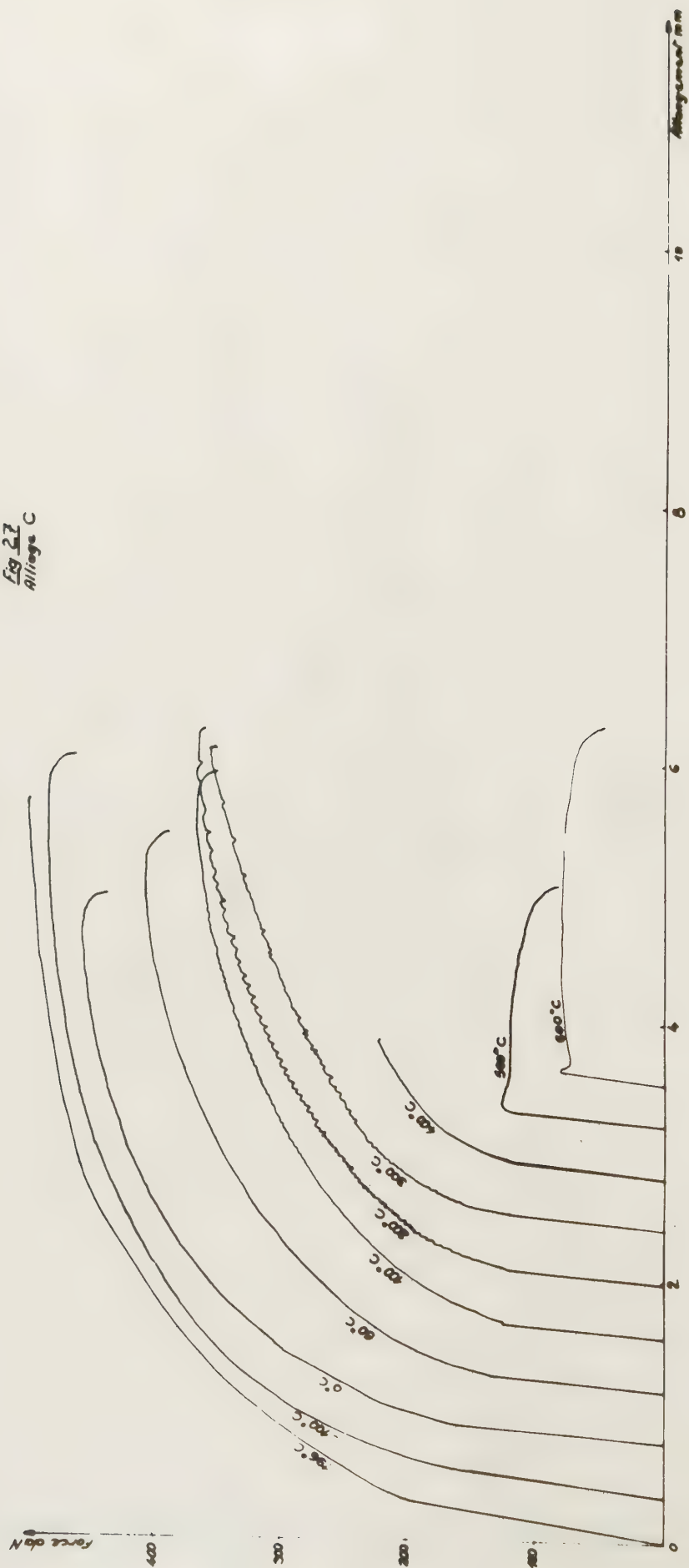


Fig 27
Allinge C



Ces modifications semblent indiquer que les mécanismes de déformation plastique changent à partir de 500°C pour la vitesse de déformation considérée. Au-delà de cette température, on aborde le domaine du fluage, ce qui se traduit sur les courbes de traction par un changement de pente marqué ; le phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER disparaissant dans le domaine de pente négative.

3,2 - Caractéristiques mécaniques

3,21 - Résultats

En utilisant les définitions générales, nous calculons les caractéristiques mécaniques usuelles, à partir des diagrammes effort - déformation précédents. Le tableau suivant regroupe les résultats obtenus. σ_E et σ_R sont exprimés en hbar et A et A_r en %.

$\theta^\circ\text{C}$	Alliage A				Alliage B				Alliage C			
	σ_E	σ_R	A	A_r	σ_E	σ_R	A	A_r	σ_E	σ_R	A	A_r
-196	12,5	47	79	77	22	63,5	58	54	28	77,5	36	36
-150	8	41	74	70	17	56	56	51	27	70	30,5	30,5
-100	5,5	38	74	72	19	55,5	53,5	48	21,5	69	38	35,5
-50	5,5	33,5	71	62,5	18	53	56	56	24	65,5	34	32,5
0	5,5	34	72,5	63	17	50	58	52,5	21	63,5	35	33,5
20	5	31,5	71,5	62	15	49	54	49	19	58,5	36,5	34
50	6,5	31	74,5	63,5	15,5	49,5	57,5	52	19	58,5	36	32,5
100	6,5	29,5	69	59,5	15	47,5	60	53,5	19	56,5	36,5	33,5
150	4,5	27,5	61	52,5	14	46	59	55	18,5	54	34,5	33
200	5,5	26	55	47,5	13	44,5	59	52	17,5	53,5	35	31,5
250	3	22	39	34,5	12,5	44,5	64,5	61	16,5	52,5	36,5	36
300	4,5	21	33	30	12,5	38	35	34,5	16,5	42	29	15
350	3,5	17,5	24	22,5	13	35,5	27	27	16	36,5	13	11
400	3,5	17,5	21,5	19,5	11	30	21,5	18	16	32	7,5	7,5
450	4	16,5	18	16,5	12,5	25	18	9,5	17	30	6	6
500	4	12,5	14,5	11	13,5	18,5	21	6	16,5	18,5	16	5
550	4,5	11	14	10	13	16	24	7	16	17,5	18	5,5
600	4,5	9,5	14,5	11	12,5	10	27	8	12	12	23	6

3,22 - Limite élastique (Fig. 28)

En ordonnées sont reportées les contraintes, exprimées en hbar et en abscisses, la température en degrés C.

L'alliage A présente une courbe généralement décroissante, assez rapidement entre -196°C et -100°C , puis très lentement jusqu'à 500°C . Cette décroissance s'observe aussi sur les alliages B et C d'une façon assez continue jusqu'à 300°C , puis semble s'annuler entre 300 et 500°C .

3,23 - Charge à la rupture (Fig. 28)

Comme précédemment, les contraintes sont portées en ordonnées et exprimées en hbar, les température en degrés C sont portées en abscisses.

On remarque d'abord, la décroissance régulière, sans aucune anomalie, de la charge à la rupture de l'alliage A. A priori, on peut s'étonner de cette régularité, dans la mesure où le phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER, plus appariant dans certaines zones de température, est souvent associé à des variations de la charge à la rupture.

Les alliages B et C présentent des courbes tout à fait semblables, avec une décroissance relativement lente jusqu'à 250°C , qui devient ensuite plus rapide. A titre d'exemple, les pentes moyennes entre 100 et 250°C sont 0,03 hbar par $^{\circ}\text{C}$ pour l'alliage C et 0,02 hbar par $^{\circ}\text{C}$ pour l'alliage B. Entre 250 et 500°C , ces pentes deviennent respectivement 0,14 et 0,10 hbar par $^{\circ}\text{C}$, c'est-à-dire cinq fois plus fortes. Nous reviendrons sur ce point important par la suite.

3,24 - Allongement à la rupture (Fig. 29)

Ces courbes sont obtenues en portant les allongements au point de rupture en % sur l'axe des ordonnées et la température d'essai en abscisses.

Ces courbes présentent un certain nombre de discontinuités qu'il est bon de signaler dès maintenant.

En effet, l'alliage C possède un allongement à la rupture pratiquement constant jusqu'à 250°C , mais celui-ci chute très brutalement entre 250 et 450°C . Cette dernière température correspond d'ailleurs à un minimum (6 %).

L'alliage B possède un allongement qui croît légèrement jusqu'à 250°C (accroissement de 50 à 58 %), qui décroît très rapidement ensuite et passe par un minimum à la température de 450°C comme pour l'alliage C.

Enfin, l'alliage A possède un allongement très important jusqu'à 100°C , qui décroît presque régulièrement jusqu'à 500°C avec, semble-t-il, un

Fig 28

Limite élastique et charge
à la rupture en fonction
de la température d'essai

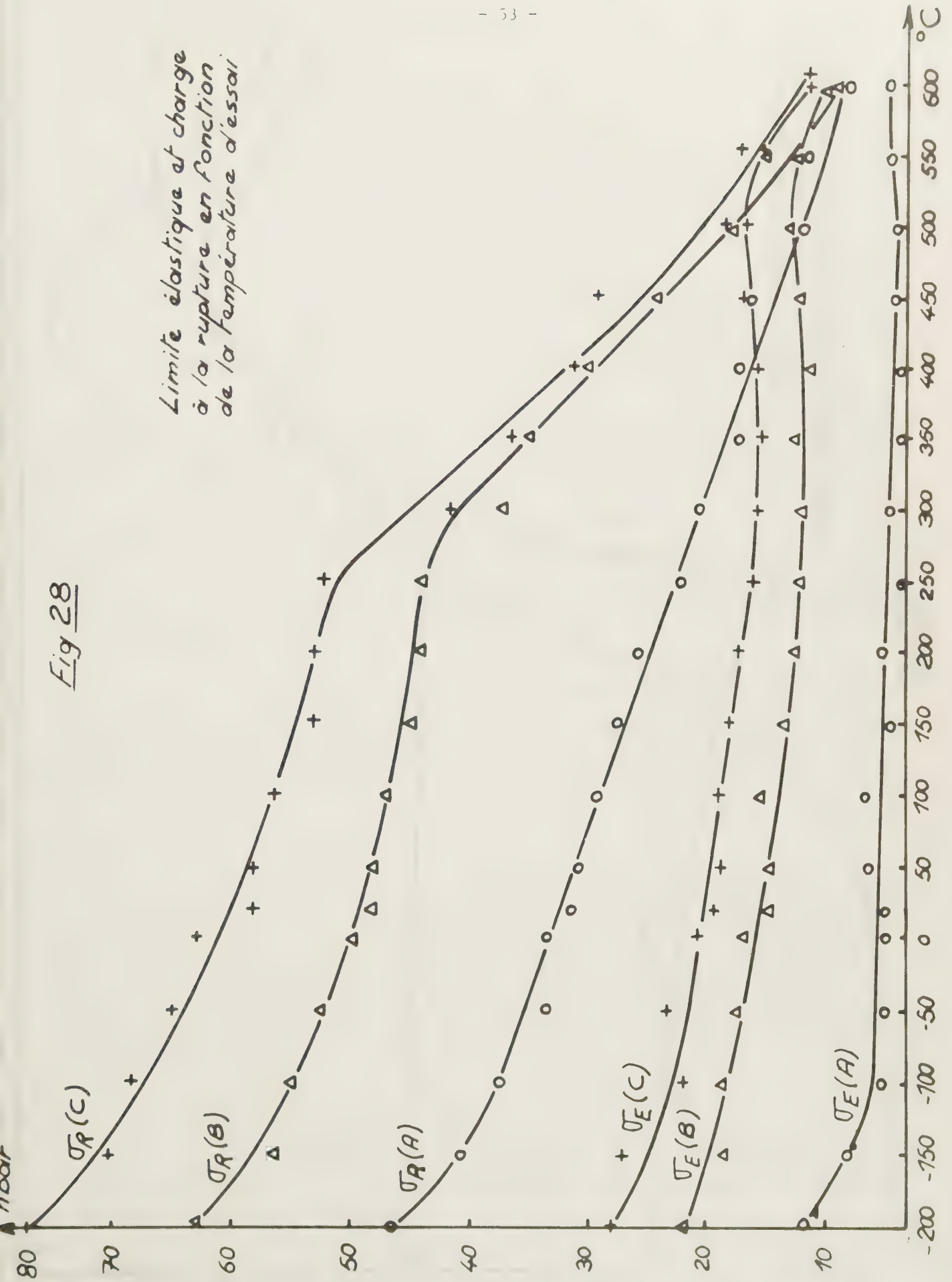
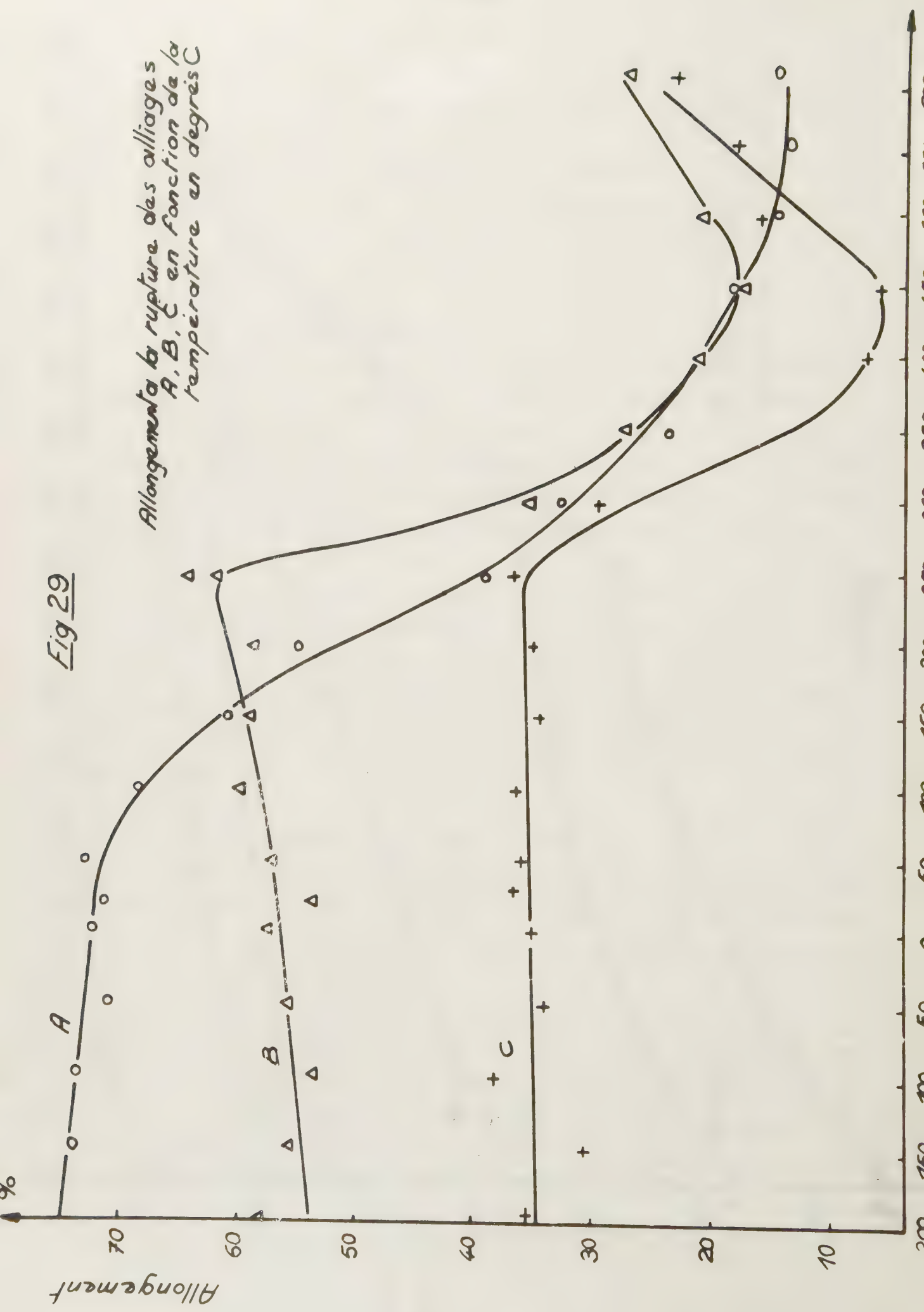


Fig 29

*Allongement à la rupture des alliages
A, B, C en fonction de la
température en degrés C*



point d'inflexion sur la courbe vers 250°C.

3,25 - Allongement réparti (Fig. 30)

Le tracé de ces courbes se fait avec les mêmes paramètres que ceux de l'allongement à la rupture. La seule différence apparente se situe au niveau du minimum qui est moins marqué à 450°C pour l'allongement réparti.

3,26 - En résumé, la limite élastique varie peu avec la température. Elle augmente sensiblement avec la teneur en aluminium d'une part, et avec la teneur en éléments d'addition d'autre part. Ces résultats sont compatibles avec ceux de KOPPENAAL et FINE [19] obtenus sur des monocristaux.

La charge à la rupture varie fortement avec la température et augmente avec la teneur en éléments d'addition qui semblent favoriser l'extension de la zone de ductilité vers les températures plus élevées.

Presque toutes les courbes (allongements et charge à la rupture) semblent indiquer une modification de comportement plastique des trois alliages vers 250°C, tandis que le phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER existe dans des domaines de température de plus en plus étroits lorsque l'on passe de l'alliage A à l'alliage C.

Enfin, les données bibliographiques nous fournissent quelques éléments de comparaison [22] [33] [34]. JAFFEE et RAMSEY par exemple, obtiennent des caractéristiques mécaniques semblables à nos résultats sur un alliage à 9,2 % d'aluminium, 3 % de fer et 0,4 % de nickel.

3,3 - Examen micrographique

Cet examen porte sur l'observation de chaque éprouvette rompue par traction. Une observation macrographique (grossissements compris entre 12 et 20) donne l'aspect général de la cassure, une observation micrographique (grossissements compris entre 200 et 1 250) fournit les détails de la rupture. Enfin, cet examen est complété par une étude au microscope électronique sur répliques de carbone.

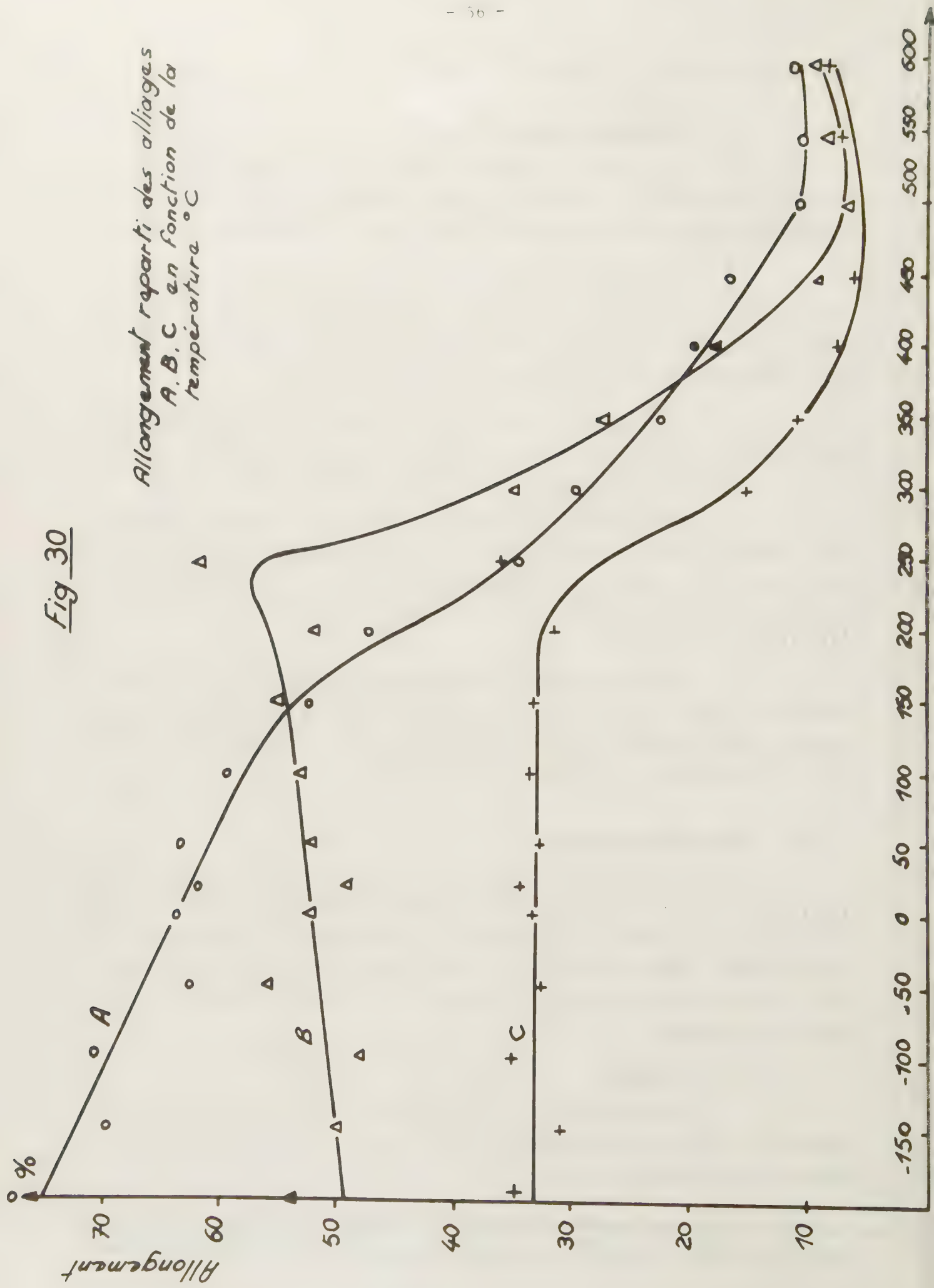
3,31 - Alliage C

Les micrographies 9 à 19 montrent une certaine évolution des phénomènes de rupture et de déformation plastique avec la température. Nous remarquons en particulier que :

a) La striction comme l'allongement à la rupture décroissent entre -196°C et +500°C. La déformation plastique du grain (Mi 9) est très

Fig 30

Allongement repartit des alliages
A, B, C en fonction de la
température °C



importante à -196°C et la rupture par cisaillement est bien marquée. Jusqu'à 250°C , les surfaces de rupture présentent un faciès à cupules.

b) A partir de 250°C environ la rupture survient pour une déformation plastique des grains peu importante (Mi 10 et 11). Cette faible déformation plastique coïncide avec la formation de cavités intergranulaires dont le nombre augmente avec la température.

Les examens microfractographiques montrent que ces cavités se développent dans les interfaces entre la matrice α et les précipités visibles sur les micrographies 10 et 11.

En effet, les micrographies 13 à 17 montrent des zones de décohesion intercrystallines primaires, qui provoquent la rupture fragile (clivages) des précipités perpendiculaires à la direction principale de la microfissure (Mi 13, 15, 16). De plus, il est possible de trouver de grandes zones de clivages (Mi 13) qui ne peuvent s'expliquer que par la rupture fragile de films de précipités intergranulaires parallèles à la direction de la fissure.

c) La propagation de la fissure, essentiellement intercrystalline, provoque la rupture fragile des précipités qu'elle rencontre (Mi 18) lorsque cette propagation n'a pas lieu dans les interfaces α - précipités (Mi 19)

d) La micrographie 17 correspond probablement à une rupture interfaciale d'une zone de forte concentration en petits précipités.

3,32 - Alliage B

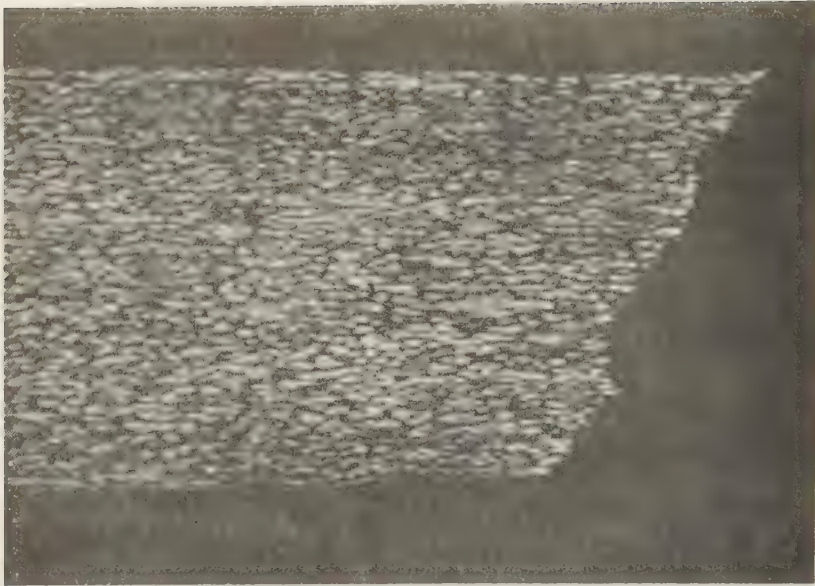
Jusqu'à 250°C , la striction est très importante, la déformation plastique des grains est grande et la rupture par cisaillement est fréquente (Mi 20).

Au-delà de 250°C , la déformation plastique des grains (beaucoup plus faible), coïncide comme dans l'alliage C avec l'augmentation du nombre de cavités intergranulaires (Mi 21 et 22).

Ces cavités apparaissent d'abord dans les joints de grains de direction proche de la perpendiculaire à l'axe de traction et au voisinage des points triples. Elles semblent être bloquées au moins momentanément par les joints parallèles à l'axe de traction (Mi 22).

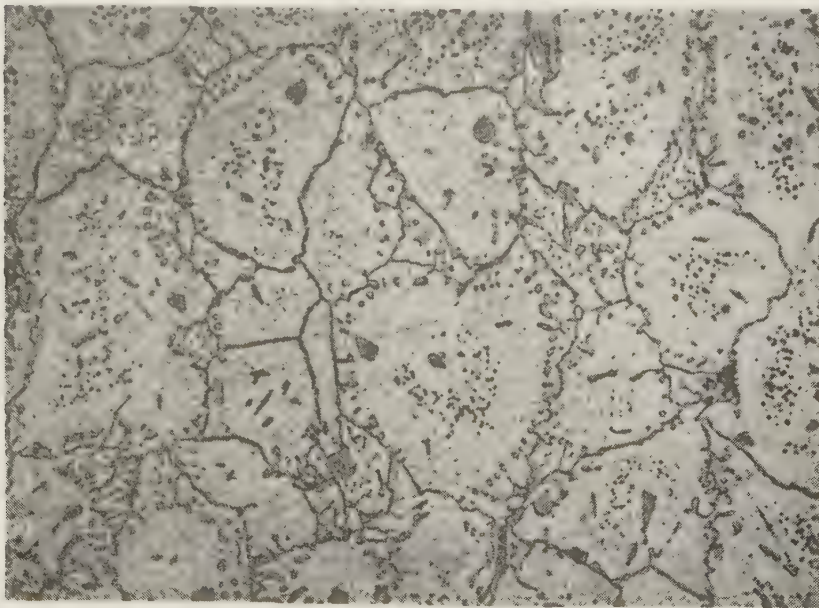
Les microfractographies montrent à basse température une rupture à cupules très fréquente (Mi 23).

Alliage C



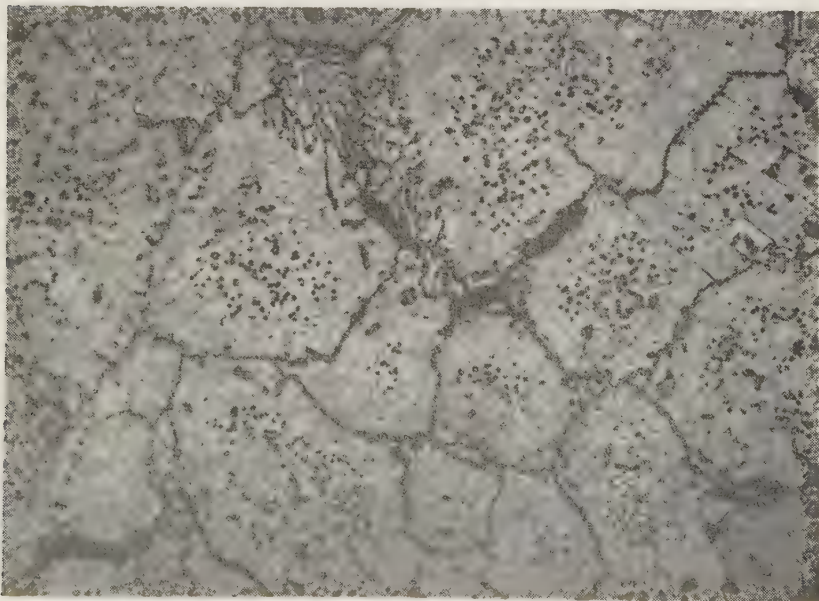
Mi 9 - g $\times$ 20

- 196°C



Mi 10 - g $\times$ 400

400°C



Mi 11 - g $\times$ 400

450°C

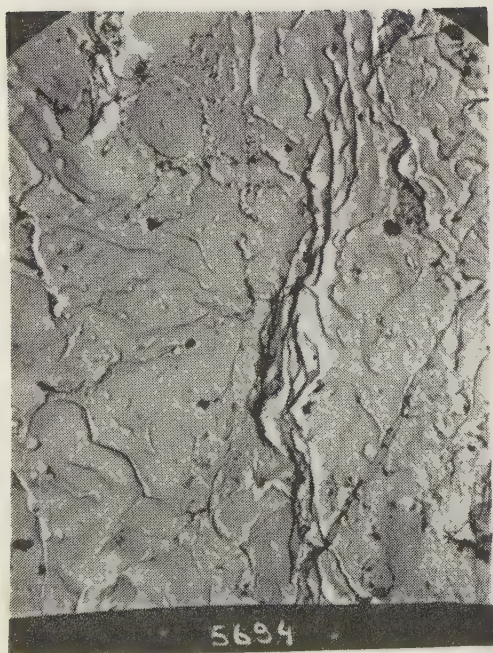
Alliage C



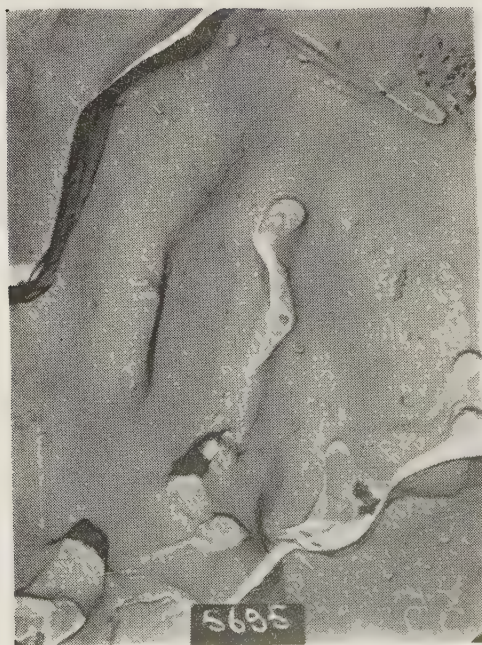
Mi 12 - g $\times$ 5 000 20°C



Mi 13 - g $\times$ 2 000 450°C



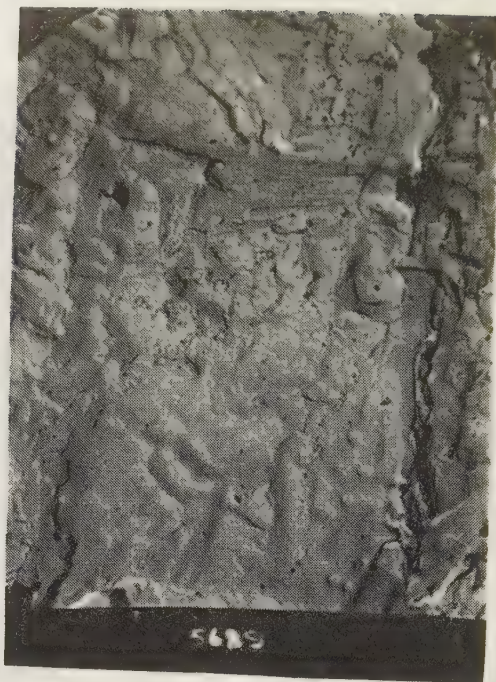
Mi 14 - g $\times$ 1 000 450°C



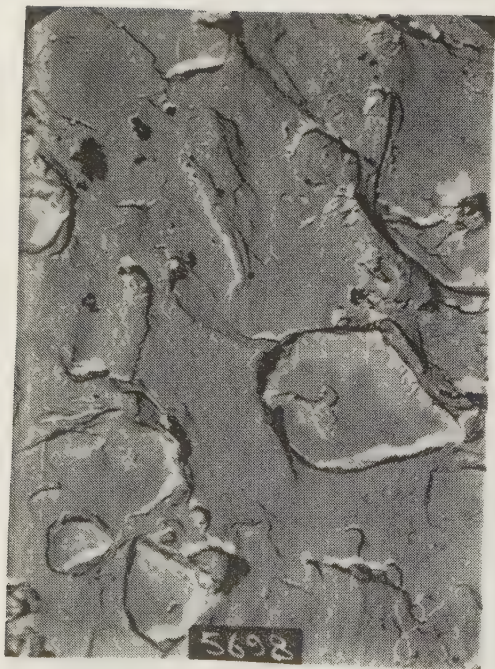
Mi 15 - g $\times$ 4 000 450°C



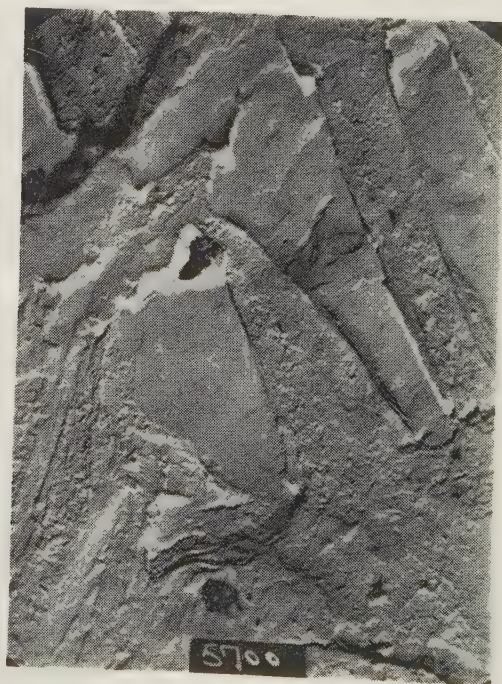
Mi 16 - $g \times 5\,000$ 450°C



Mi 17 - $g \times 1\,000$ 450°C

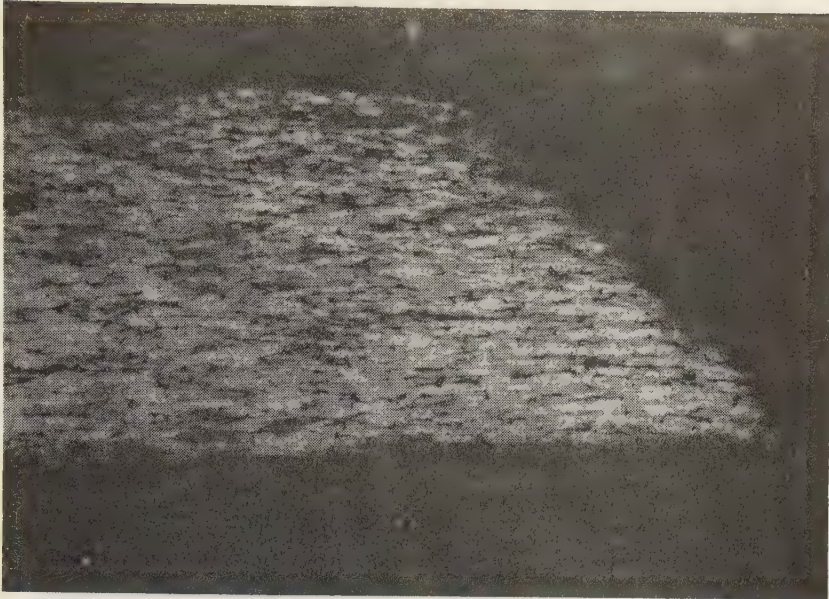


Mi 18 - $g \times 4\,000$ 450°C



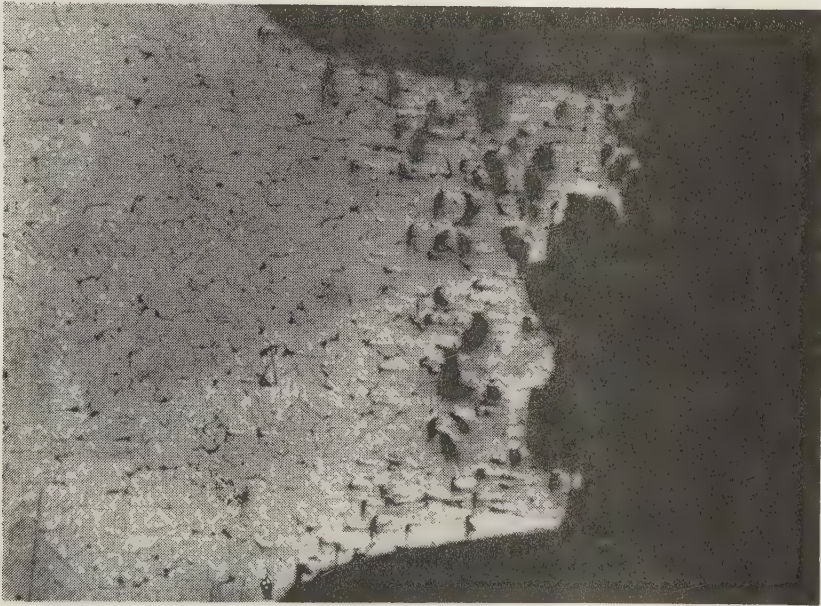
Mi 19 - $g \times 4\,000$ 450°C

Alliage B



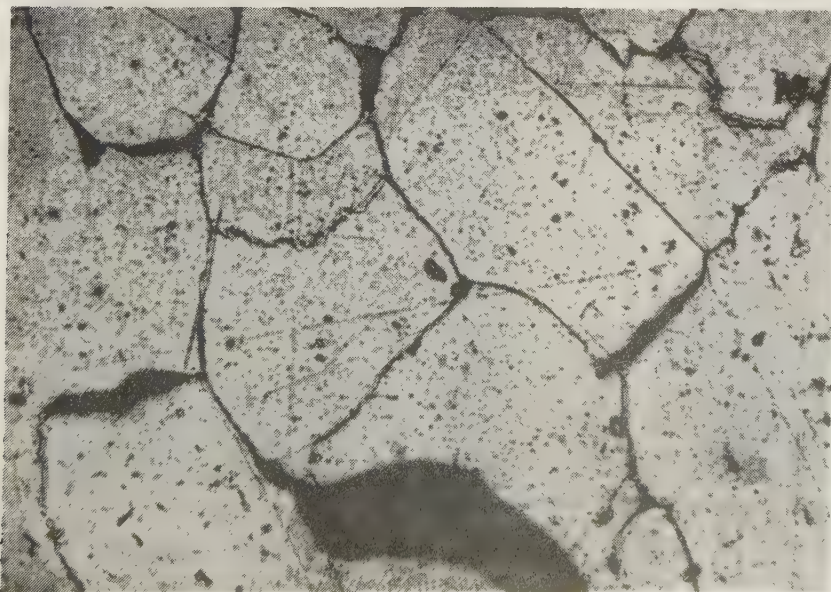
Mi 20 - g $\times$ 20

250°C



Mi 21 - g $\times$ 20

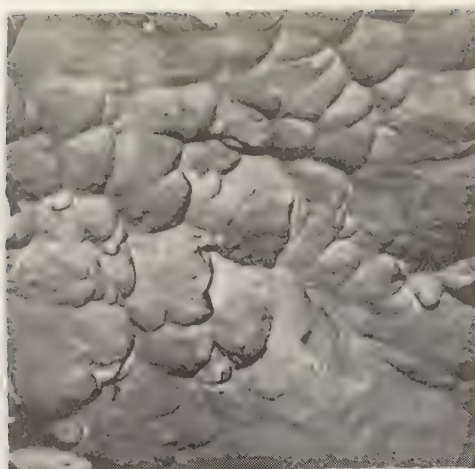
450°C



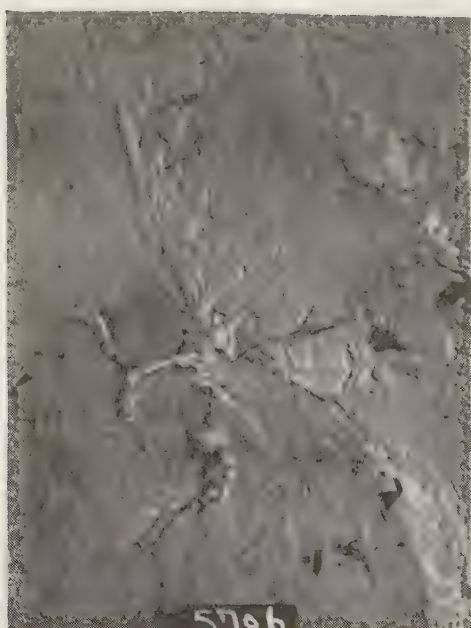
Mi 22 - g $\times$ 400

450°C

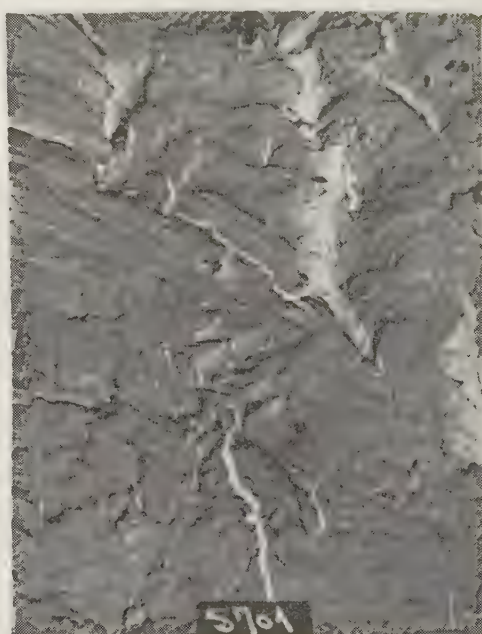
Alliage B



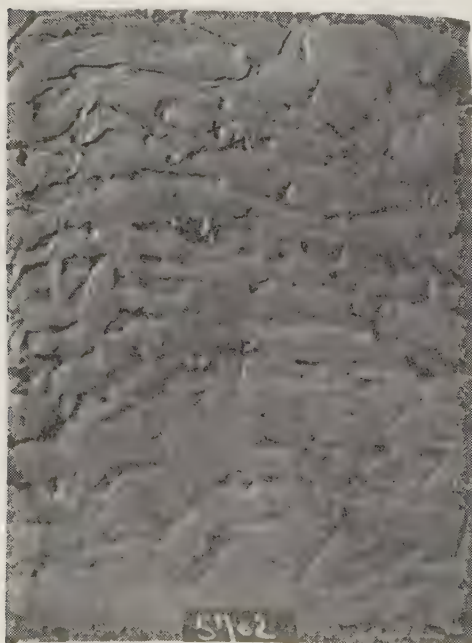
Mi 23 - g $\times$ 5 000 20°C



Mi 24 - g $\times$ 2 000 450°C



Mi 25 - g $\times$ 4 000 450°C



Mi 26 - g $\times$ 4 000 450°C



Mi 27 - g $\times$ 6 000 450°C

A plus haute température, le faciès de rupture est très semblable à celui de l'alliage C. On peut observer (Mi 24 à 27) les ruptures inter-cristallines et de petites zones de clivage de précipités (Mi 24). La propagation de la fissure (Mi 25) semble être gênée par la présence des précipités.

De même, la micrographie 26 correspond probablement à la décohésion interfaciale d'une zone très dense en petits précipités, comme on peut en voir sur la micrographie 7. Il semble donc que le phénomène de rupture de l'alliage B est sensiblement le même que celui de l'alliage C. La différence fondamentale étant simplement que la quantité de précipités est beaucoup plus faible dans l'alliage B que dans l'alliage C.

3,33 - Alliage A

a) La striction et la déformation plastique des grains sont très importantes jusqu'à 150°C.

b) Au-delà de cette température, la rupture a lieu sans déformation importante des grains, comme dans les alliages précédents. De nouveau (Mi 29 - 30) les cavités intergranulaires semblent apparaître aux points triples.

c) L'allure des bandes de déformation semblent se modifier avec la température. En effet, de fines lignes de glissement apparaissent aux basses températures, à l'intérieur des bandes de déformation (Mi 31), alors qu'à plus haute température (Mi 32) ces bandes sont beaucoup plus épaisses et plus serrées malgré un allongement à la rupture plus faible.

d) A basse température, la forme des cupules laisse supposer (Mi 33) la présence d'un effort de cisaillement.

e) Au-delà de 150°C, on obtient un faciès de rupture essentiellement intergranulaire, avec quelques précipités fins (Mi 34 - 36). Cependant, il est possible de trouver des zones de rupture à cupules (Mi 35) qui pourraient correspondre à la rupture transcristalline d'un "pont" entre deux cavités intercristallines.

Un examen approfondi des microfractographies de l'alliage A est rendu difficile par la présence d'un faciès d'oxydation sur les surfaces de rupture.

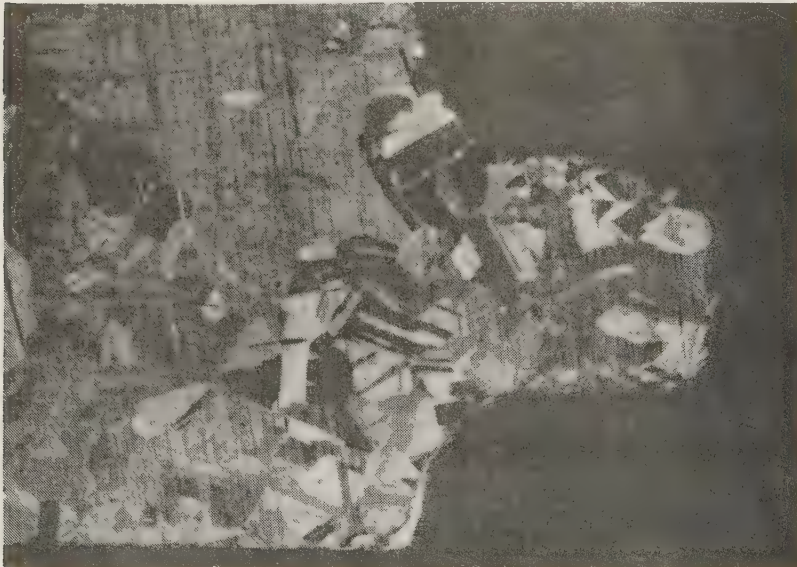
3,34 - En résumé, il existe une similitude certaine entre les phénomènes de déformation plastique et de rupture affectant les trois alliages étudiés.

En effet, à basse température, la rupture est toujours transgranulaire. Par contre à haute température, il y a formation de cavités intercristallines et simultanément, diminution de l'allongement des grains.

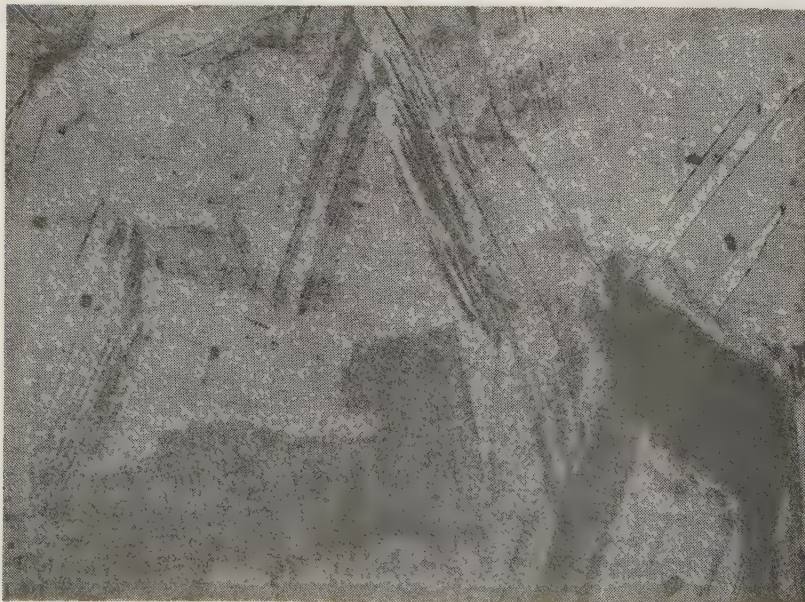
Alliage A



Mi 28 - g $\times$ 20 -196°C

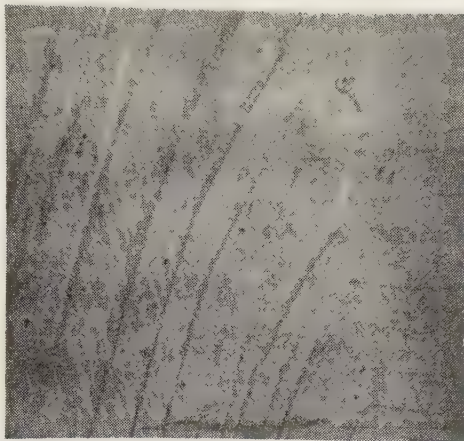


Mi 29 - g $\times$ 12,5 500°C

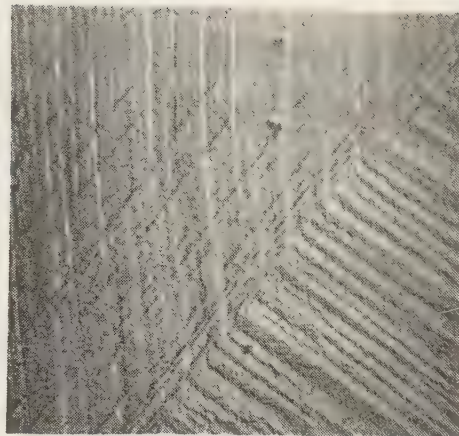


Mi 30 - g $\times$ 100 250°C

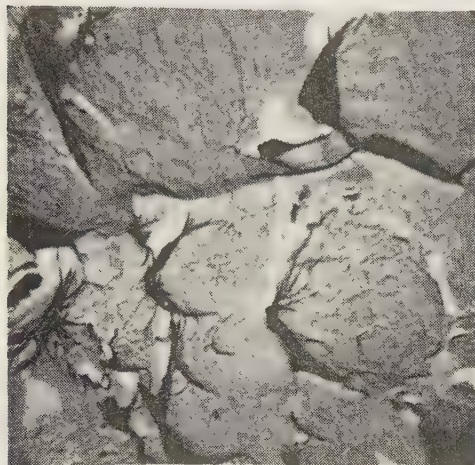
Alliage A



Mi 31 - g $\times$ 5 000 -196°C



Mi 32 - g $\times$ 5 000 250°C



Mi 33 - g $\times$ 5 000 20°C



Mi 34 - g $\times$ 3 000 450°C



Mi 35 - g $\times$ 3 000 450°C



Mi 36 - g $\times$ 8 000 450°C

Ces cavités qui semblent prendre naissance au voisinage des points triples, dans les joints légèrement inclinés par rapport à l'axe de traction, paraissent moins nombreuses sur l'alliage A que sur les deux autres.

En ce qui concerne l'évolution des lignes de glissement, nos observations semblent en accord avec celles de JAOUL [37] qui dit en particulier que les lignes de glissement deviennent plus épaisses et moins nombreuses lorsque la température augmente. De même, cet auteur indique que dans une structure cubique à faces centrées, le nombre de systèmes de glissement distincts diminue et que la résistance des joints décroît plus rapidement que celle des grains, lorsque la température augmente.

4 - DISCUSSION -

A l'issue de cette série d'examen, le résultat qui nous apparaît comme le plus important est l'observation d'un phénomène de rupture intercrystalline accompagné d'une diminution importante de la ductilité à partir de 250°C.

Pour tenter d'expliquer ce phénomène, nous examinerons successivement quatre hypothèses.

4,1 - Fragilisation par des précipités

La précipitation observée, surtout intergranulaire, se présente de manière différente sur les trois alliages. Elle est beaucoup plus abondante dans les alliages B et C que dans l'alliage A.

Si ces précipités deviennent fragiles à haute température, l'alliage A doit rester beaucoup plus ductile que les deux autres, ce qui n'est pas le cas.

Il est vrai que les courbes d'allongement sont, elle aussi, différentes puisque les alliages B et C restent ductiles jusqu'à 250°C, alors que l'allongement de l'alliage A décroît presque régulièrement.

Cependant, la similitude des courbes d'allongement au-delà de 250°C, nous incite à supposer que la réduction de ductilité des trois nuances procède d'un même mécanisme.

C'est pourquoi nous ne pensons pas raisonnable de retenir l'hypothèse d'une fragilisation des précipités.

4,2 - Changement de structure

Bien que les diagrammes d'équilibre des alliages complexes soient encore peu connus et qu'il soit très difficile d'identifier toutes les phases en présence, il semble que cette hypothèse soit aussi à rejeter.

En effet, pour les compositions et les températures étudiées, seule la phase α_2 pourrait intervenir. Cependant, d'après DUVAL et HAYMANN [39], cette phase ne peut apparaître qu'après recuit de longue durée à haute température d'un mélange $\alpha + \gamma_2$. Par conséquent, ce changement de structure ne peut pas se produire au cours de nos essais de traction où les maintiens sont de l'ordre de 30 minutes et la température voisine de 300°C.

4-3 - Transformation ordre-désordre

Une troisième cause possible de la chute de ductilité, pourrait être une augmentation de la résistance du métal dans la zone de température considérée. Dans le Chapitre 1, nous avons rappelé un certain nombre de résultats qui tendent à montrer l'existence d'une transformation ordre-désordre au-dessus de 250°C, c'est-à-dire dans le domaine de température où la ductilité diminue.

L'état désordonné, pouvant se conserver à l'ambiante par refroidissement rapide, nous avons cherché à mettre en évidence un durcissement de nos alliages refroidis à partir de différentes températures, d'une part, en effectuant des essais de microdureté sur les éprouvettes de traction déjà utilisées, d'autre part, en trempant de nouvelles éprouvettes, à partir de différentes températures et en les essayant à l'ambiante.

4,31 - Microduretés

a) Rappels

Sur chaque échantillon, nous faisons 80 mesures de dureté Vickers, réparties également entre la phase α et les plages de précipités. Sur chaque série statistique obtenue, nous calculons la moyenne $\bar{x}_i$ et l'écart type σ_{x_i} . Une estimation de moyenne à partir de chaque série donne une idée du durcissement éventuel et, dans le cas où ces séries n'appartiennent pas à la même population mère, nous pouvons penser qu'il y a effectivement durcissement.

Nous savons que la moyenne m , de la population mère se calcule par la relation suivante :

$$\bar{x}_i - t_\alpha \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \leq m \leq \bar{x}_i + t_\alpha \frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

Pour les grands échantillons ($n \geq 30$), les tables statistiques donnent t_α en fonction de α , degré de confiance, que l'on choisit.

α fixé arbitrairement à 0,95 est la probabilité pour que l'encadrement précédent soit vérifié et n'est autre que la fonction :

$$\theta(t) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-t}^{+t} e^{-\frac{\xi^2}{2}} d\xi$$

relative à la loi normale.

σ est l'écart type de la population mère que l'on estime par $\sigma = \sigma_{x_i} = \sqrt{\frac{n}{n-1}}$

dans le cas où l'effectif de l'échantillon est inférieur à 60 unités.

b) Mesures sur les éprouvettes de traction

Le tableau suivant résume les résultats. L'indice α indique qu'il s'agit de la phase α et l'indice P, des zones de précipités. La moyenne est donnée par deux nombres qui représentent les limites inférieures et supérieures de l'encadrement.

:	:	:	:	:	:	:	:
:	$\theta^\circ\text{C}$	$\bar{x}_i(\alpha)$	$\bar{x}_i(P)$	$\sigma_{x_i}(\alpha)$	$\sigma_{x_i}(P)$	$m(\alpha)$	$m(P)$
:	:	:	:	:	:	:	:
:	20	127	150	7,75	11,4	124	146
:	:	:	:	:	:	130	154
:	:	:	:	:	:	:	:
:	500	138	160	4	13,2	136	156
:	:	:	:	:	:	140	164
:	:	:	:	:	:	:	:

c) Mesures sur éprouvettes témoins

Les cycles thermiques, effectués sur les éprouvettes de traction, ont été reproduits sur des échantillons témoins. Le recuit initial à 800 ou 900°C pendant une heure, puis refroidissement à 30°C par heure, représenté par l'éprouvette n° 1, est suivi d'un second chauffage aux températures de 400°C pour l'éprouvette n° 2, 600°C pour l'éprouvette n° 3 et enfin refroidissement à l'air calme.

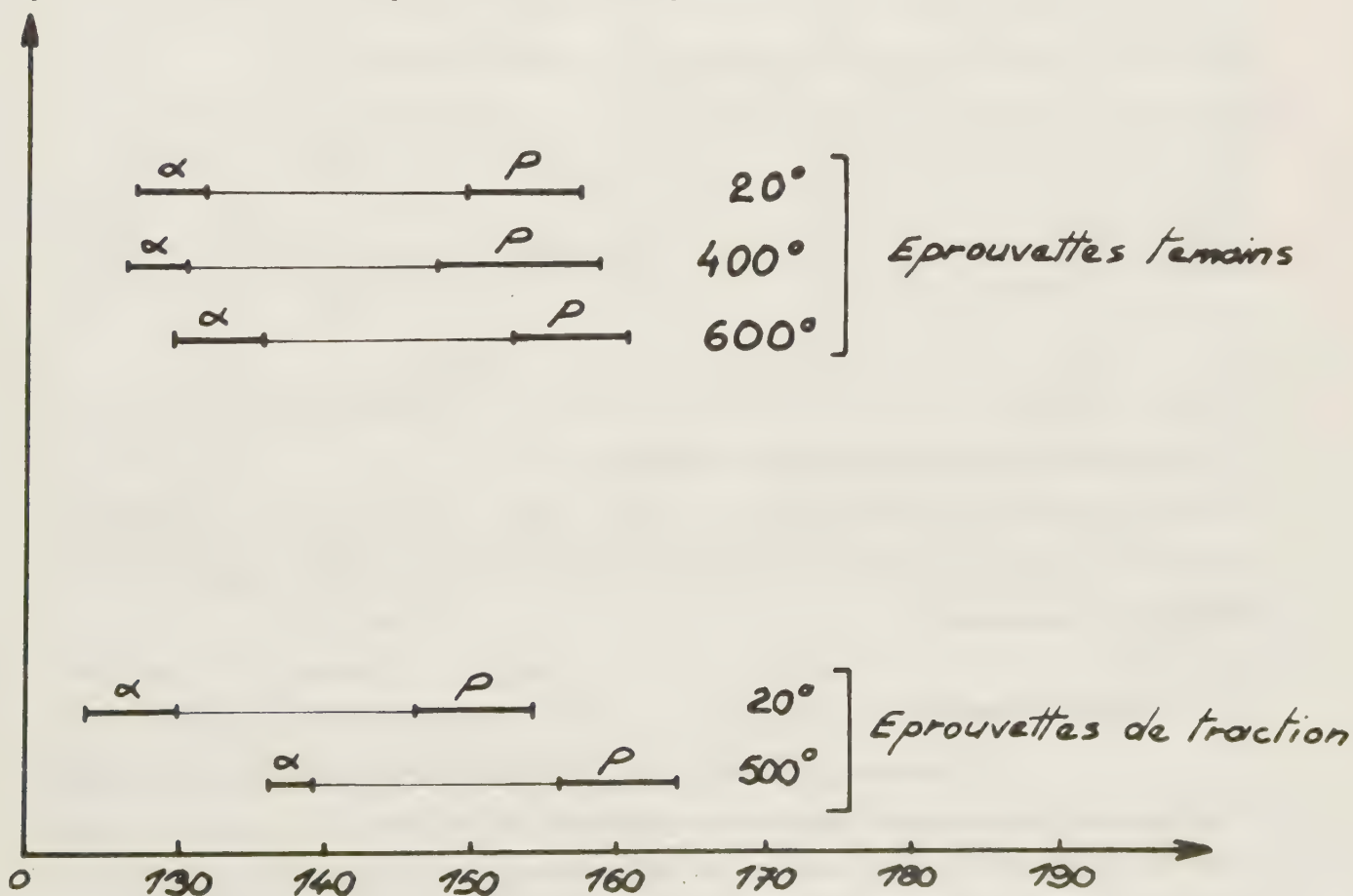
Les mesures de dureté effectuées sont consignées dans le tableau suivant et reportés sur la Fig. suivante.

N° Eprouvette	$\bar{x}_i(\alpha)$	$\bar{x}_i(P)$	$\sigma_{x_i}(\alpha)$	$\sigma_{x_i}(P)$	m (α)	m (P)
1	129	153	7,8	13,1	126 131	149 157
2	128	152	6,3	18	126 130	147 158
3	132	156	9,2	13,1	129 135	152 160

En résumé, ces résultats montrent que la transformation ordre-désordre ou bien, est réversible dans un refroidissement à l'air calme ou bien, ne provoque pas de durcissements mesurables en microdureté.

4,32 - Eprouvettes complémentaires de traction

Cette deuxième partie d'étude a pour but de montrer si la transformation ordre-désordre influe sur les caractéristiques mécaniques et peut se conserver à température ambiante par un refroidissement rapide.



Estimation des moyennes de microdureté

Pour cela, et après le recuit initial à 800 ou 900°C (éprouvettes A₁ ; B₁ ; C₁), nous avons chauffé les éprouvettes à 450°C pendant 30 mn et refroidies, soit à l'air calme (éprouvettes A₂ ; B₂ ; C₂) soit dans l'eau (éprouvettes A₃ ; B₃ ; C₃). Ces éprouvettes sont ensuite rompues à température ambiante et à la vitesse de 0,5 % S⁻¹.

Nous avons obtenu les résultats consignés dans le tableau suivant où nous remarquons que les valeurs respectives pour chacun des alliages sont très proches les unes des autres, alors que la vérification de notre hypothèse, suppose que l'allongement à la rupture, par exemple, soit divisé au moins par deux, entre les échantillons témoins (numéros 1) et les autres.

	N°	σ_E hbar	σ_R hbar	A %	Ar %
Eprouvette:					
A	1	5	31,5	71,5	62
	2	5	31	70,5	62
	3	5	30	65	57
B	1	15	49	54	49
	2	15,5	51	57	53
	3	13,5	53	61	56
C	1	19	58,5	36,5	34
	2	22,5	63,5	36	34
	3	22,5	63	35	32

4,4 - Interactions dislocations-impuretés

Avant de discuter cette hypothèse, nous ferons quelques rappels concernant le phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER qui fait encore l'objet de nombreuses discussions.

4,41 - Rappels

Le phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER s'observe au cours de la déformation plastique de métaux contenant des impuretés et se traduit, entre autres par l'apparition de crochets ou de hachures sur les courbes de traction. La forme de ces crochets dépend des caractéristiques mécaniques (rigidité en particulier) de la machine de traction. Le domaine d'observation du phénomène est fonction de la température et de la vitesse de l'essai.

Son interprétation, qui fait encore l'objet de nombreuses discussions, pourrait être associée au mécanisme d'ancrage des dislocations, proposé par COTTRELL [41] et peut se résumer comme suit :

Les interstitiels ou les défauts de réseau, présents dans le métal tendent à se fixer au voisinage des dislocations, ce qui abaisse l'énergie de distorsion élastique du réseau. Cette diffusion des impuretés vers les dislocations est d'ailleurs favorisée par la présence de lacunes créées par la déformation plastique elle-même.

Si les dislocations sont ainsi entourées d'un "nuage" d'impuretés, leur mouvement est difficile et n'est possible qu'avec de fortes contraintes. On dit que les dislocations sont ancrées ou bloquées.

Lorsque la température est faible, les impuretés ne peuvent diffuser vers les dislocations qui restent libres et la déformation plastique est aisée.

A température plus élevée, la diffusion favorisée par la formation de lacunes au début de la déformation plastique, permet aux impuretés de venir bloquer les dislocations.

Après un certain taux de déformation, les sources initiales sont saturées et les sources qui ne sont pas encore intervenues, sont bloquées. La contrainte augmente donc jusqu'à un niveau suffisant pour provoquer la formation d'une nouvelle source. La source débloquée émet alors une avalanche de dislocations dans un plan de glissement, provoquant une déformation macroscopique brutale accompagnée d'un crochet sur la courbe de traction.

A température encore plus élevée, la diffusion devient suffisante pour permettre aux impuretés de suivre la dislocation dans son mouvement. Il n'y a plus de crochets sur la courbe de traction, mais la résistance au mouvement des dislocations étant élevée, la contrainte d'écoulement plastique est forte et la ductilité passe par un minimum.

Dans tout ceci, il est évident que la vitesse de déformation est supposée constante. Une augmentation de celle-ci se traduit par une augmentation des températures d'apparition et de disparition du phénomène, la diffusion devant être plus rapide.

La température de disparition des crochets est d'ailleurs reliée à la vitesse de déformation [40] [42] [59] par la relation suivante :

$$\frac{d\epsilon}{dt} = A \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right)$$

Un exemple bien connu de fragilité est expliqué par ce mécanisme. Il s'agit de la fragilité au bleu des aciers pour lesquels on observe vers 250°C, outre la disparition des crochets, une augmentation notable de la charge à la rupture, une réduction de ductilité ainsi que l'apparition de nombreuses cavités intergranulaires, particulièrement dans la zone de striction.

4,42 - Application aux alliages cuivre-aluminium

a) Retenons que d'une façon très générale, le phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER provoque une élévation très importante de la charge à la rupture, c'est-à-dire que la matrice est durcie et moins déformable en raison du blocage des dislocations.

De même, ce phénomène, associé à la fragilisation de l'alliage, disparaît lorsque la ductilité atteint son minimum, et la fragilisation est activée thermiquement.

b) Dans les alliages cuivre aluminium étudiés, nous remarquons (Fig. 31) que la charge à la rupture ne présente pas de maximum à la température du creux de ductilité. Cependant, l'écart entre la courbe donnant σ_R et la ligne de décroissance moyenne des alliages B et C, est maximal à 250°C c'est-à-dire à la température du début de décroissance de la ductilité.

De même, en se reportant aux Fig. 25, 26, 27 on voit que la décroissance de l'intensité du phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER avec la température et sa disparition au minimum de ductilité, n'est pas très nette.

Or sachant que ce phénomène est activé thermiquement c'est-à-dire qu'il dépend de la vitesse de déformation, nous avons effectué des essais complémentaires :

4,43 - Essais complémentaires

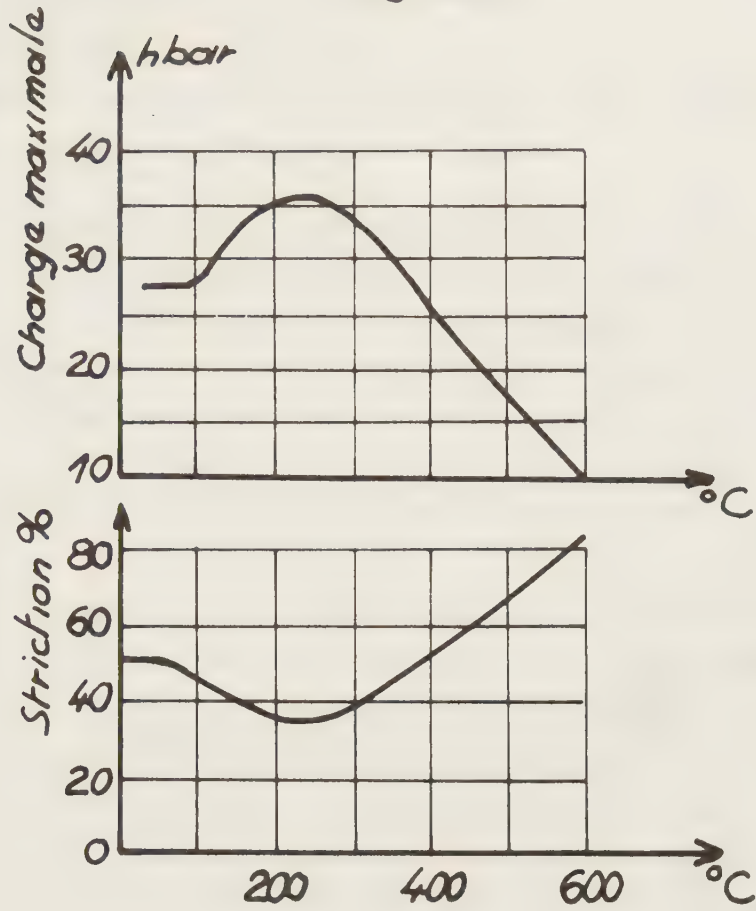
Une variation de la vitesse de déformation entre 0,01 et 1 % S⁻¹, pour des températures comprises entre 20 et 200°C ne donne aucune différence sur la charge et l'allongement à la rupture.

Par contre, dans un domaine de température compris entre 200 et 350°C, il existe des différences sensibles entre les essais à 0,5 % S⁻¹ et 0,005 % S⁻¹.

La comparaison des diagrammes effort-déformation (Fig. 27 et 32) montre un changement notable de l'allure des courbes et de l'intensité du phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

Fig 31

Acier



Alliages Bet C

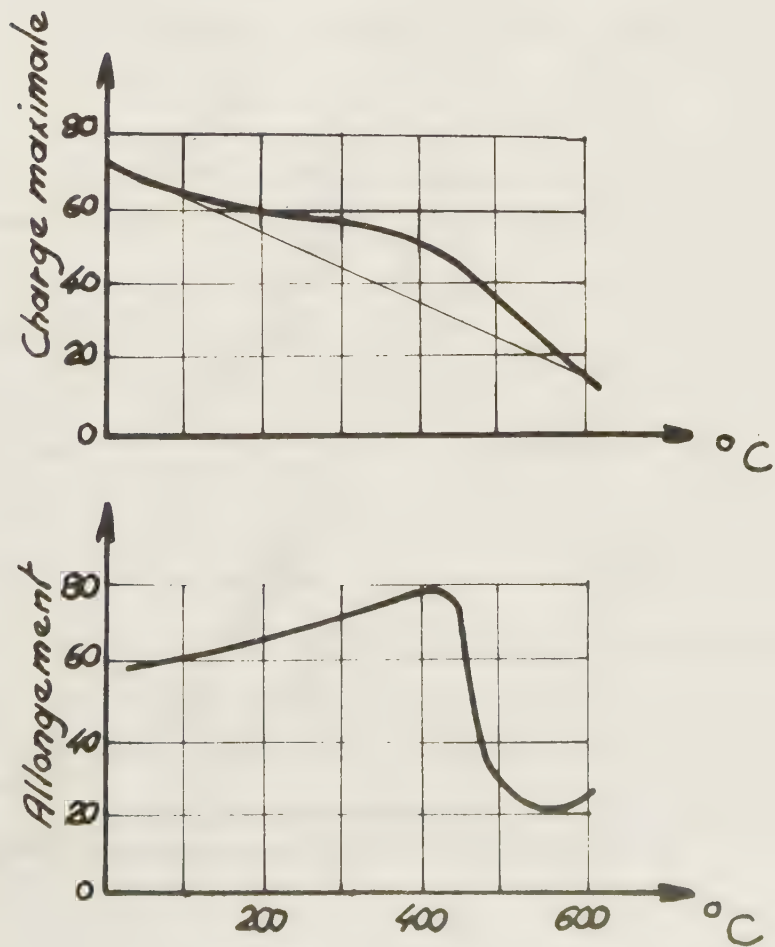
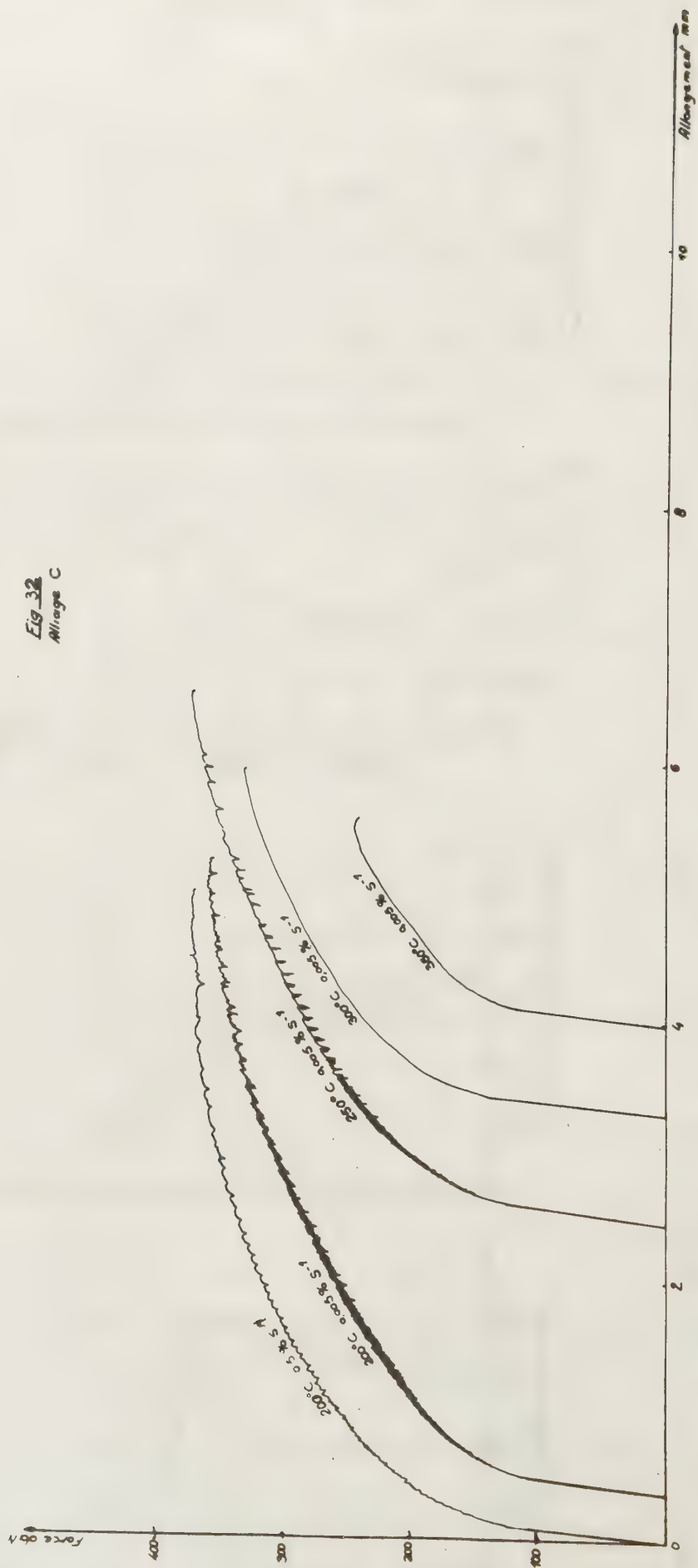


Fig 32
Alloy C



Remarquons d'autre part, que le phénomène de PORTEVIN LE CHATELIER disparaît à partir de 300°C dans les essais à faible vitesse. Cela signifie que le mouvement des dislocations est étroitement lié à la vitesse de diffusion des impuretés. Ces dislocations ne peuvent plus s'échapper de leur "nuage" lorsque la vitesse de déformation est faible.

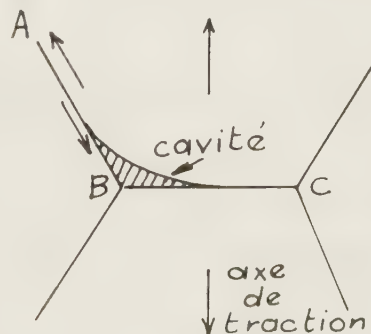
Comparons alors les allongements à la rupture obtenus sur les trois alliages. Les résultats (Fig. 33) montrent que la réduction de ductilité est un phénomène activé thermiquement puisqu'une variation de vitesse, dans un rapport de 1 à 100, décale la courbe d'allongement à la rupture d'environ 50°C vers les basses températures et ce, sur les trois alliages.

En résumé, la diminution de ductilité est liée à plusieurs points importants :

- a) la rupture à haute température est intergranulaire
- b) la chute de ductilité est activée thermiquement
- c) d'une part, la disparition du phénomène de PORTEVIN LE CHATELIER à faible vitesse et à partir de 300°C , s'accompagne d'un durcissement de la phase α et d'autre part, l'allongement à la rupture diminue. Cette coïncidence peut s'expliquer si l'on suppose qu'un grain accommode de moins en moins le déplacement et la déformation des grains voisins lorsque la vitesse diminue.

4,44 - Le mécanisme de rupture intergranulaire, proposé par ZENER, pourrait expliquer convenablement la chute de ductilité en température.

Ce mécanisme fait appel à un glissement intergranulaire le long du joint AB. Il y a alors concentration de contrainte à la tête du glissement, bloqué au point triple B par le joint BC et formation d'une cavité intergranulaire qui suffit à initier la rupture.

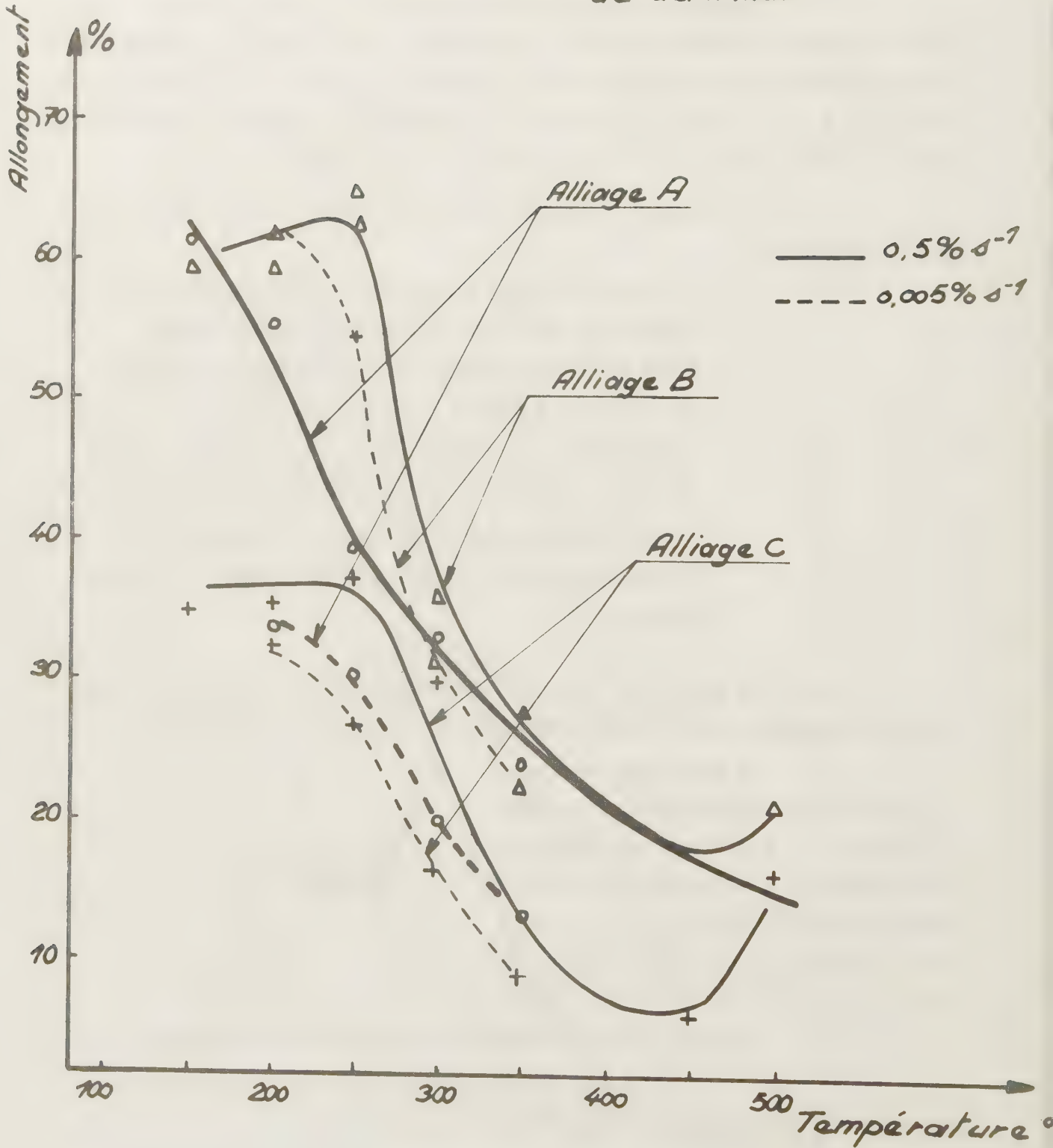


Les résultats expérimentaux confirment cette hypothèse :

- a) L'examen micrographique a montré l'existence d'une décohésion intergranulaire au voisinage des points triples.
- b) Le glissement intergranulaire est un phénomène activé thermiquement.

Fig 34

Influence de la vitesse
de déformation



c) Une élévation de température tend d'une part, à augmenter le glissement intergranulaire et d'autre part, à durcir la matrice α . Or la matrice étant durcié, il n'y a pas d'accomodation de la déformation d'un grain à l'autre et par conséquent la formation de cavités intergranulaires est d'autant plus importante.

Enfin, nous avons vu que la déformation plastique des grains est encore réduite à faible vitesse donc le glissement intergranulaire est accentué et la ductilité diminuée.

d) Aux basses températures, le glissement intergranulaire a peu d'importance et la matrice se déforme facilement permettant une accommodation importante et conduisant à une plus grande ductilité.

e) L'élévation de ductilité et la forme des courbes de traction aux températures supérieures à 450°C, font penser au phénomène de fluage. Or dans le fluage, le glissement intergranulaire s'accompagne souvent d'une migration des joints. Ainsi, une cavité intergranulaire pourrait devenir transcristalline après migration du joint, ce qui ferait disparaître le rôle "fragilisant" de cette cavité et ferait croître la ductilité de l'alliage.

Cependant, remarquons que la ductilité de l'alliage A reste faible au delà de 450°C. De même, la forme des courbes de traction de cet alliage est très différente de celles des alliages B et C.

Or on sait que le fluage prend de l'importance dans les alliages complexes. Ainsi, la migration des joints au cours du fluage, qui provoque l'augmentation de la ductilité, aura un effet plus important dans le cas des alliages complexes que dans le cas de l'alliage monphasé.

4,46 - En conclusion , l'examen des hypothèses précédentes, nous permet de faire les remarques suivantes :

a) La phase α , plus ou moins chargée en éléments d'addition, est en partie responsable de la fragilisation à haute température des alliages cuivre-aluminium.

b) Les essais complémentaires, en microdureté et en traction, semblent indiquer à priori, que la transformation ordre-désordre ou bien, est réversible quelle que soit la vitesse de refroidissement utilisée, ce qui est contradictoire avec les résultats de MATSUO et CLAREBROUGH [13] , KOPPENAAL et FINE [18] [29] , DAVIES et CAHN [12] qui montrent que le désordre

est trempable. Ou bien cette transformation n'influe pas sur les caractéristiques mécaniques examinées jusqu'ici, comme le pensent d'ailleurs, les auteurs précédents.

c) Par contre, nos résultats semblent pouvoir s'expliquer de façon satisfaisante par les phénomènes d'interaction dislocations-impuretés et par le mécanisme de rupture intergranulaire proposé par ZENER.

En fait, cette rupture intergranulaire, accentuée par le durcissement de la matrice, constitue l'hypothèse de base que nous avons retenu pour expliquer la baisse de ductilité au-dessus de 250°C.

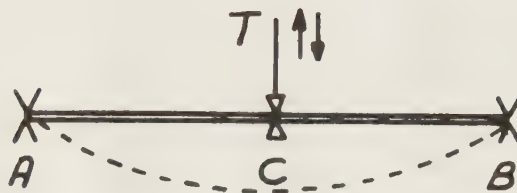
Chapitre 3

FLEXION

1 - MACHINE DE FLEXION ALTERNEE -

1,1 - Description de l'appareil

1,11 - Principe



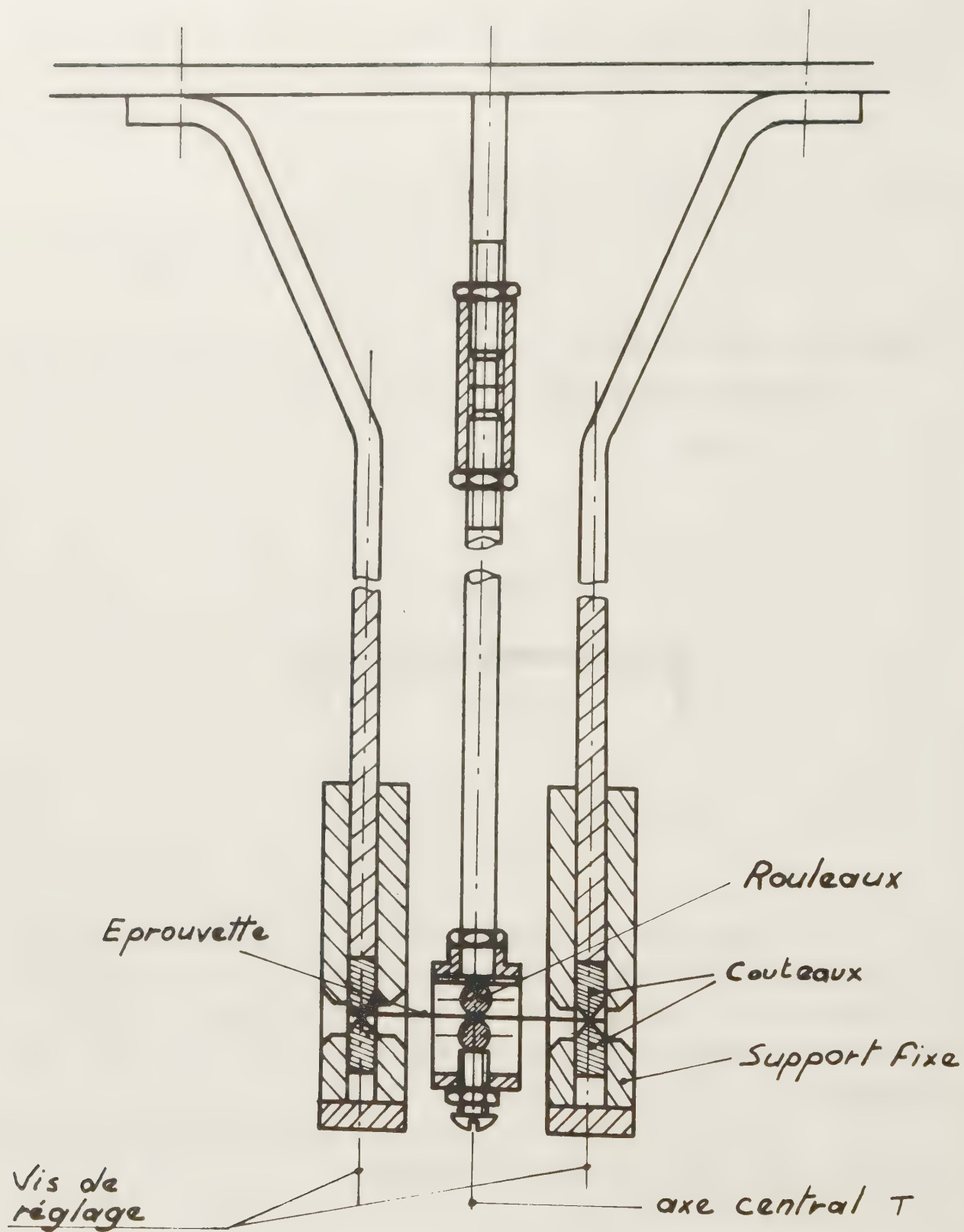
L'éprouvette de flexion, constituée par une lame rectangulaire de faible épaisseur, est maintenue par deux appuis fixes A et B. Un appui mobile C, placé au centre de l'éprouvette, impose au point C un mouvement alternatif d'amplitude et de fréquence réglables, cet appui étant relié par la tige T à un pot vibrant.

L'ensemble éprouvette, appuis et tige de transmission, peut être placé dans un four ou dans une enceinte réfrigérée.

1,12 - Constitution de l'appareil

Sur la planche 14, nous avons représenté les différents éléments du support d'éprouvette.

Les appuis A et B sont constitués de deux paires de couteaux en acier inoxydable, dont l'écartement est réglable. Ce système permet d'obtenir



Détails de Fixation des éprouvettes

un contact des couteaux avec l'éprouvette, sans jeu mais sans serrage.

Pour éviter tout effet d'entaille sur l'éprouvette, en un point où la contrainte est maximale, l'appui C a été réalisé au moyen de deux petits cylindres de cuproaluminium rectifiés, le choix de ce matériau étant dicté par le souci de prévenir d'éventuels effets de pile entre l'éprouvette et l'appui C.

Enfin, la tige T comporte un dispositif de réglage de longueur pour permettre l'alignement des trois appuis. Le titane a été choisi pour la fabrication de cette partie mobile, en raison de sa bonne rigidité et de sa faible densité.

La forme de l'ensemble et le faible encombrement transversal de 50 mm sont destinés à faciliter l'usage des enceintes de mise en température.

1,13 - Dispositifs complémentaires

- Excitation et mesure

Le pot vibrant est un excitateur GOODMAN d'impédance 3Ω , de fréquence propre 25 Hz, commandé par un générateur de fréquence PHILIPS GM.2317 associé à un amplificateur de puissance PRODERA A.436.

Les déplacements de la tige centrale sont mesurés à l'aide de deux capteurs de vitesse PRODERA 20 M 12, placés symétriquement par rapport à l'axe (photo 3). Ces capteurs sont reliés à deux millivoltmètres électroniques PHILIPS GM.6012 (photo 4).

Tous ces accessoires sont reliés par un support rigide à une forte plaque d'alliage léger qui sert de bâti à l'ensemble de l'appareil (photos 3 et 4 et planche 15).

- Mise en température

Le four ADAMEL CT5HT est utilisé pour les essais de traction et pour ceux de flexion. La température maximale est de 500°C , ce qui nous oblige à placer, à la partie supérieure du four, un manchon de refroidissement, pour éviter tout échauffement des éléments d'excitation et de mesure.

En outre, pour les essais à chaud, le support d'éprouvette est placé à l'intérieur d'un tube de silice, lui-même introduit dans le four. Un système d'étanchéité (planche 15) permet alors d'obtenir un vide primaire à l'intérieur du tube, avant son remplissage par de l'argon U. L'éprouvette ainsi protégée de l'oxydation pourra faire l'objet d'examen micrographiques.



Photo 3

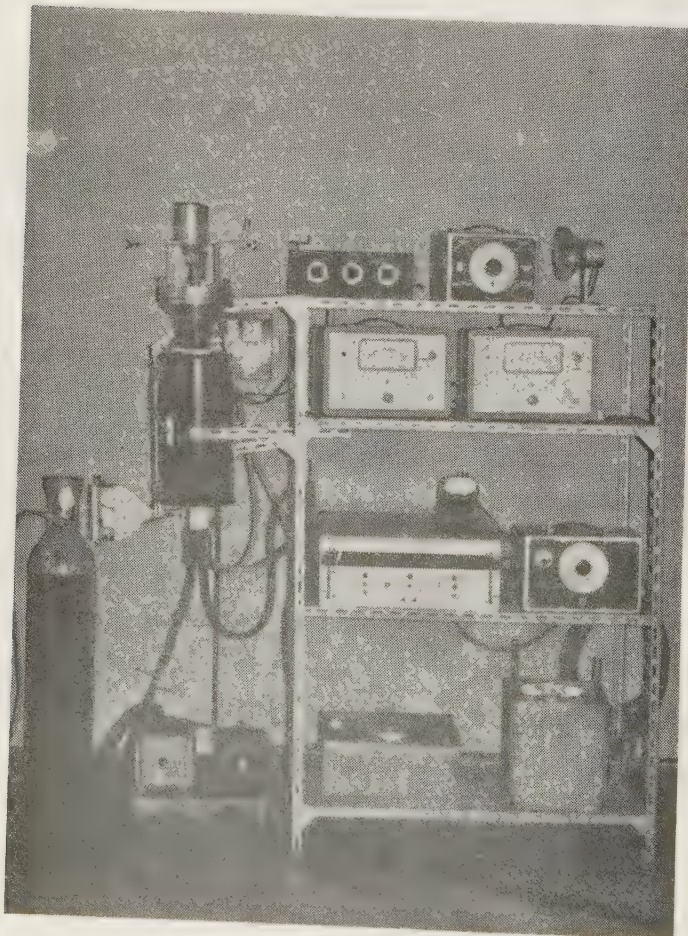
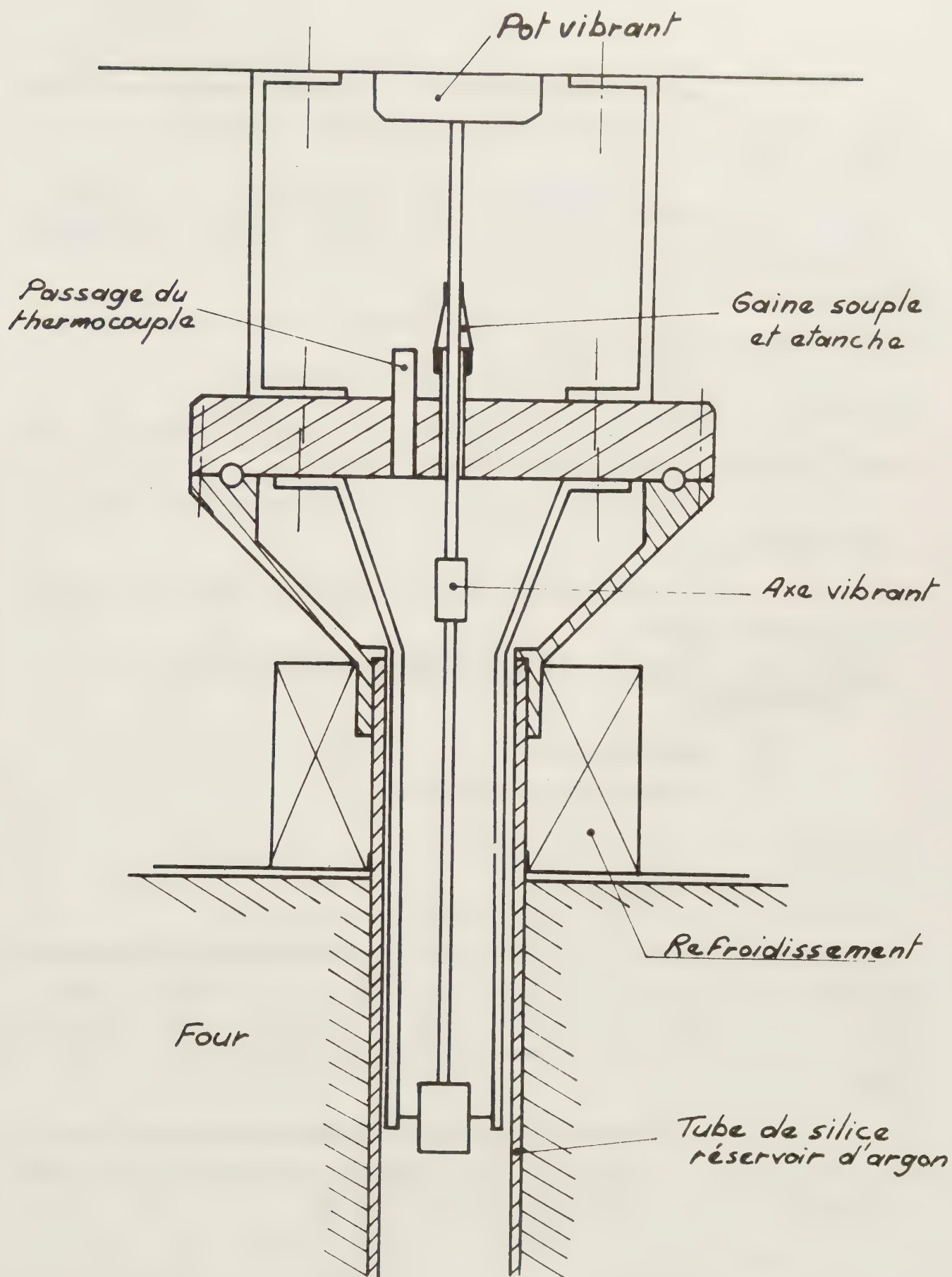


Photo 4



Ensemble du dispositif

Planche 15

Pour les basses températures, le four est remplacé par une enceinte refroidie par du pentane et de l'azote liquide, la température minimale étant de -196°C .

Dans tous les cas, la mesure des températures est effectuée à l'aide d'un thermocouple nickel chrome - nickel allié, placé à 1 mm de l'éprouvette, vers son extrémité.

1,14 - Grandeurs mesurées

L'appareil ainsi réalisé permet de mesurer :

- la fréquence de résonance de l'ensemble mécanique qui permettra de calculer le module d'élasticité de l'éprouvette.

- la vitesse du mouvement, dont nous déduirons l'amplitude de la déformation.

- le temps d'essai qui nous permettra d'atteindre le nombre de cycles avant rupture.

1,2 - Eprouvettes

1,21 - Dimensions utiles

Les dimensions des éprouvettes sont :

0,5 mm d'épaisseur

10 mm de largeur

30 mm de longueur

Ce choix a été fait en fonction des possibilités de l'excitateur de vibration dont la force maximale est assez faible. Nous voulions, d'autre part, que la fréquence de résonance mécanique de l'éprouvette soit suffisamment basse pour être voisine des fréquences généralement utilisées dans les essais de fatigue.

Le contrôle de la longueur utile de l'éprouvette est superflu puisque celle-ci est déterminée par l'écartement des couteaux. Les autres dimensions sont contrôlées avec une précision de 1/100 mm.

1,22 - Préparation

Les éprouvettes sont d'abord découpées aux dimensions extérieures et ont environ 1 mm d'épaisseur. On effectue ensuite le traitement thermique correspondant à la nuance. Rappelons que l'alliage A est recuit à 800°C pendant

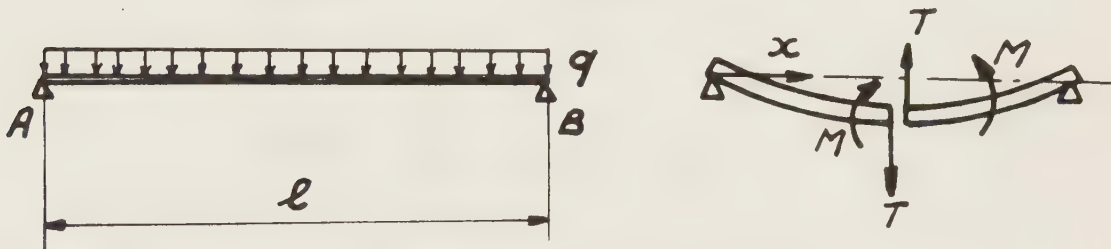
1 heure, puis refroidi à 30°C par heure. De même, les alliages B et C sont recuits à 900°C pendant 1 heure, puis refroidis à la même vitesse.

Enfin, un polissage mécanique, sur papier abrasif, permet d'obtenir les cotes extérieures des éprouvettes qui sont ensuite polies spéculairement. Cette préparation autorise une observation micrographique après rupture, sans altérer la surface.

1,3 - Analyse du procédé expérimental

1,31 - Calcul de la déformée en vibrations libres

Comme nous l'avons vu ci-dessus, l'éprouvette de longueur ℓ est assimilable à une poutre articulée à chaque extrémité et portant une charge répartie q par unité de longueur.



En utilisant les conventions de signe ci-dessus, nous pouvons écrire les relations suivantes :

$$\frac{dM}{dx} = - T \quad (1)$$

$$\text{et } \frac{dT}{dx} = - q \quad (2)$$

où T est l'effort tranchant et M le moment de flexion.

Soit : E le module d'élasticité

I le moment d'inertie par rapport à la fibre neutre

y la flèche, fonction de x et du temps t , prise par la poutre.

Nous obtenons :

$$q = \frac{d^2 M}{dx^2} \quad (3)$$

$$\text{et } M = EI \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} \quad (4)$$

Ces équations (3) et (4) permettent d'écrire :

$$q = EI \frac{\partial^4 y}{\partial x^4} \quad (5)$$

Si m est la masse par unité de longueur de la poutre, l'équation du mouvement est :

$$EI \frac{\partial^4 y}{\partial x^4} = - m \frac{\partial^2 y}{\partial t^2} \quad (6)$$

Nous pouvons chercher $y(x,t)$ sous la forme :

$$y(x,t) = X(x) f(t) \quad (7)$$

L'équation (6) devient :

$$m X(x) \frac{d^2 f(t)}{dt^2} = - EI f(t) \frac{d^4 X(x)}{dx^4} \quad (8)$$

ou encore :

$$- \frac{1}{f(t)} \frac{d^2 f(t)}{dt^2} = \frac{EI}{m X(x)} \frac{d^4 X(x)}{dx^4} \quad (9)$$

Le premier membre étant uniquement fonction de t , le second de x , ils sont donc égaux à une constante que nous écrivons ω^2 , on obtient alors :

$$\frac{d^2 f(t)}{dt^2} + \omega^2 f(t) = 0 \quad (10)$$

$$\text{et } \frac{d^4 [X(x)]}{dx^4} - \frac{m \omega^2}{EI} X(x) = 0 \quad (11)$$

La solution générale de l'équation (10) est :

$$f(t) = C_1 \cos \omega t + C_2 \sin \omega t \quad (12)$$

Après avoir posé $\frac{m \omega^2}{EI} = k^4$, la solution générale de l'équation (11) est :

$$X(x) = A \operatorname{ch} k x + B \operatorname{sh} k x + C \cos k x + D \sin k x \quad (13)$$

Pour simplifier ces expressions, nous utilisons les conditions aux limites qui sont : flèche nulle et moment de flexion nul en A et B.

On obtient donc : $X(0) = X(l) = 0$

$$\text{et } \left[\frac{d^2 X(x)}{dx^2} \right]_{x=0} = \left[\frac{d^2 X(x)}{dx^2} \right]_{x=\ell} = 0$$

Les conditions au point A ($x=0$) donnent :

$$A = C = 0$$

Celles au point B ($x=\ell$) donnent :

$$B \operatorname{sh} k \ell + D \sin k \ell = 0 \quad (14)$$

$$B \operatorname{sh} k \ell - D \sin k \ell = 0 \quad (15)$$

d'où l'on tire $B = 0$

$$\text{et, par conséquent, } \sin k \ell = 0 \quad \text{soit } k_n \ell = n \pi \quad (16)$$

où n peut prendre les valeurs 1, 2, 3,...

Puisque $k^4 = \frac{m \omega^2}{EI}$, nous obtenons les valeurs de ω qui satisfont aux conditions aux limites :

$$\omega_n = n^2 \pi^2 \sqrt{\frac{EI}{m \ell^4}} \quad (17)$$

On obtient alors :

$$X(x) = \sum_1^{\infty} D_n \sin \frac{n \pi x}{\ell} \quad (18)$$

$$\text{et } f(t) = \sum_1^{\infty} (C_{1n} \cos \omega_n t + C_{2n} \sin \omega_n t) \quad (19)$$

Pour le fondamental, il reste simplement :

$$X(x) = Y \sin \frac{\pi x}{\ell} \quad (20)$$

1,32-Fréquence propre

L'équation (17) donne pour $n = 1$:

$$\omega_1 = \pi^2 \sqrt{\frac{EI}{m \ell^4}} \quad (21)$$

qui est la pulsation propre du fondamental.

1,33 - Contraintes

Nous pouvons obtenir la contrainte maximale par la relation :

$$\sigma_{\max} = CE \left[\frac{d^2 X(x)}{dx^2} \right]_{\max}$$

où C est la distance entre la fibre neutre et la fibre externe.

On a donc :

$$\sigma_{\max} = \frac{h}{2} \frac{\pi^2}{\lambda^2} Y E$$

L'application numérique donne :

$$\sigma_{\max} = 2,74 \cdot 10^{-3} E Y \quad (22)$$

ou $\sigma_{\max}$ est exprimé en hbar lorsque E est exprimé en hbar et Y en mm.

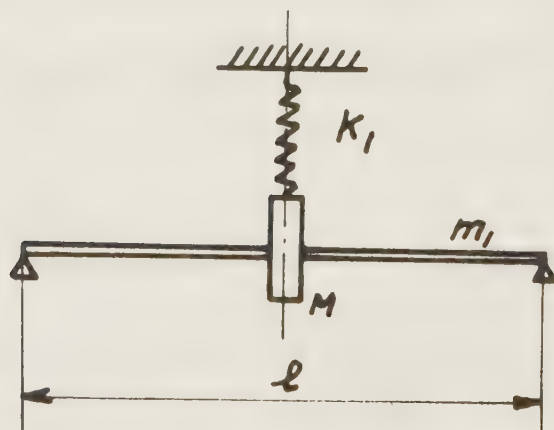
1,34 - Détermination du module d'élasticité

Dans tout ce qui précède, nous n'avons tenu compte que des raideurs et inerties de l'éprouvette. Or, les éléments d'excitation tels que le pot et la tige de transmission participent au mouvement et possèdent également une inertie et une raideur qui interviennent sur la valeur de la fréquence propre.

Il convient donc d'apporter quelques aménagements au calcul précédent, en vue d'une plus grande précision.

1,341 - Calcul de la pulsation propre

Le schéma réel du montage est le suivant :



où : K_1 est la raideur de l'excitateur
 M est la masse totale en mouvement
 m_1 est la masse totale de l'éprouvette.

Nous avons vu que la déformée peut s'écrire :

$$y(x,t) = X(x) \cdot f(t)$$

$$\text{et } X(x) = Y \sin \frac{\pi x}{\ell}$$

En tenant compte de l'ensemble du montage, nous pouvons calculer l'énergie potentielle E_p et l'énergie cinétique E_c .

$$2 E_p = [f(t)]^2 \int_0^{\ell} EI \left[\frac{d^2 X}{dx^2} \right]^2 dx + K_1 [f(t)]^2$$

$$2 E_c = [\dot{f}(t)]^2 \int_0^{\ell} \frac{m_1}{\ell} X^2 dx + M [\dot{f}(t)]^2$$

ce qui donne :

$$2 E_p = \left(\frac{\pi^4}{2} \frac{EI}{\ell^3} + K_1 \right) [f(t)]^2 \quad (23)$$

$$2 E_c = \left(\frac{m_1}{2} + M \right) [\dot{f}(t)]^2 \quad (24)$$

et, en définitive :

$$\omega_0^2 = \frac{\frac{\pi^4}{2} \frac{EI}{\ell^3} + K_1}{\frac{m_1}{2} + M} \quad (25)$$

Remarquons que cette expression redonne l'équation (21) si l'on a : $K_1 = 0$ et $M = 0$

De plus, si l'on connaît K_1 et M , on peut déterminer E en mesurant ω_0 .

1,342 - Détermination de K_1 et M

La masse M est la masse totale entraînée par l'excitateur, non compris la masse de l'éprouvette. Or, cette masse M est formée d'un axe en deux parties. On peut alors écrire $M = m_2 + m_3$

où m_2 est la masse du demi-axe supérieur

m_3 est la masse du demi-axe inférieur, que l'on peut mesurer facilement.

Il est alors possible de calculer K_1 et m_2 en mesurant, d'une part, la pulsation propre de l'excitateur entraînant le demi-axe supérieur, et, d'autre part, la pulsation propre de l'excitateur entraînant tout l'équipage mobile.

Nous avons respectivement :

$$\omega_1^2 = \frac{K_1}{m_2} \quad \text{et} \quad \omega_2^2 = \frac{K_1}{m_2 + m_3} \quad (26)$$

et l'application numérique donne :

$$K_1 = 4\,380 \text{ kg s}^{-2}$$

$$m_2 = 90,5 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$$

$$m_3 = 67,3 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$$

$$m_1 = 1,45 \cdot 10^{-3} \text{ kg}$$

1,343 - Détermination du module

En reportant toutes ces valeurs dans la relation (25), on obtient :

$$E = 3,32 f^2 - 2\,380 \quad (27)$$

où E est le module d'élasticité exprimé en hbar et f la fréquence de résonance de l'ensemble mobile, avec l'éprouvette, exprimée en Hertz.

1,4 - Mode opératoire

1,41 - Fréquence propre

Soit V la tension en mV mesurée au bornes des capteurs de vitesse, K la constante de ces capteurs, f la fréquence et y la flèche de l'éprouvette, on a :

$$V = 2 K \pi f y \quad (28)$$

et, par conséquent, V passe par un maximum pour la fréquence de résonance lue sur le générateur de fréquence.

1,42 - Module d'élasticité

Connaissant cette fréquence de résonance, on calcule E par l'intermédiaire de la relation (27).

1,43 - Contrainte et flèche maximales

Pour appliquer une contrainte $\sigma_{\max}$ donnée, nous utilisons la relation (22). En effet, connaissant E, nous pouvons calculer Y_M en mm pour obtenir cette contrainte $\sigma_{\max}$.

Cette flèche Y_M est déterminée, elle-même, en calculant la tension correspondante V par la relation (28). Cette tension V est lue sur les

millivoltmètres.

Ajoutons que la contrainte maximale imposée est, dans tous les cas, égale à la limite élastique que nous avons déterminée dans le chapitre 2. En effet, cette limite élastique varie d'un alliage à l'autre et en fonction de la température. Ainsi, l'application d'une contrainte constante sur les trois alliages, et à toutes températures, introduirait des déformations non comparables, le point figuratif sur les diagrammes effort-déformation étant parfois dans le domaine plastique et parfois dans le domaine élastique.

2 - RESULTATS DES ESSAIS DE FLEXION -

2,1 - Module d'élasticité

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, nous mesurons la fréquence de résonance au début de l'expérience et nous la reportons dans la relation (27) pour obtenir le module d'élasticité.

Le tableau ci-dessous regroupe les résultats exprimés en hbar, en fonction de la température.

:	:	:	:	:
:	θ °C	:	A	:
:	:	:	B	:
:	:	:	C	:
:	- 100	:	12 600	:
:	:	:	14 000	:
:	20	:	14 000	:
:	:	:	14 000	:
:	200	:	10 800	:
:	:	:	13 800	:
:	250	:	13 000	:
:	:	:	12 600	:
:	300	:	9 600	:
:	:	:	11 300	:
:	350	:	10 000	:
:	:	:	10 800	:
:	400	:	9 600	:
:	:	:	9 500	:
:	500	:	9 200	:
:	:	:	10 400	:
:	:	:	:	:

Notons qu'un calcul d'erreur donne ces résultats avec une précision d'environ 7 % et que les écarts maximaux, enregistrés sur chaque mesure, sont de l'ordre de 6 %.

Il est possible maintenant de tracer les courbes de la figure 35 qui représentent les variations du module, sur les trois alliages, en fonction de la température. Les courbes, qui sont obtenues en prenant cinq éprouvettes au minimum pour la détermination d'un point, permettent les remarques suivantes :

a) Les alliages B et C ont un module d'élasticité sensiblement constant jusqu'à 200°C, qui décroît très rapidement jusque vers 400°C pour rester constant ensuite. Les modules de ces deux alliages sont pratiquement identiques jusqu'à 300°C, le module de l'alliage C étant supérieur à celui de l'alliage B au-delà de 300°C.

b) L'alliage A présente une décroissance pratiquement identique à celle des alliages B et C. Il semble cependant que la chute rapide de module ait lieu à température plus basse. A partir de 300°C, le module de l'alliage A est constant et sa valeur est voisine de celle prise par l'alliage B à haute température.

c) L'allure de ces courbes et l'abscisse des points caractéristiques présentent certaines analogies avec les résultats obtenus en traction (courbes d'allongement à la rupture en fonction de la température).

2,2 - Fréquence de résonance

Les courbes de la figure 36 font apparaître une variation de la fréquence de résonance en fonction du temps. Celle-ci reste constante durant une grande partie du temps de vie de l'éprouvette, puis chute très rapidement.

Cette diminution brutale peut s'expliquer par l'intermédiaire de la relation (21). En effet, la progression du front de fissure provoque une diminution de section utile de l'éprouvette et, par conséquent, une diminution de l'inertie I.

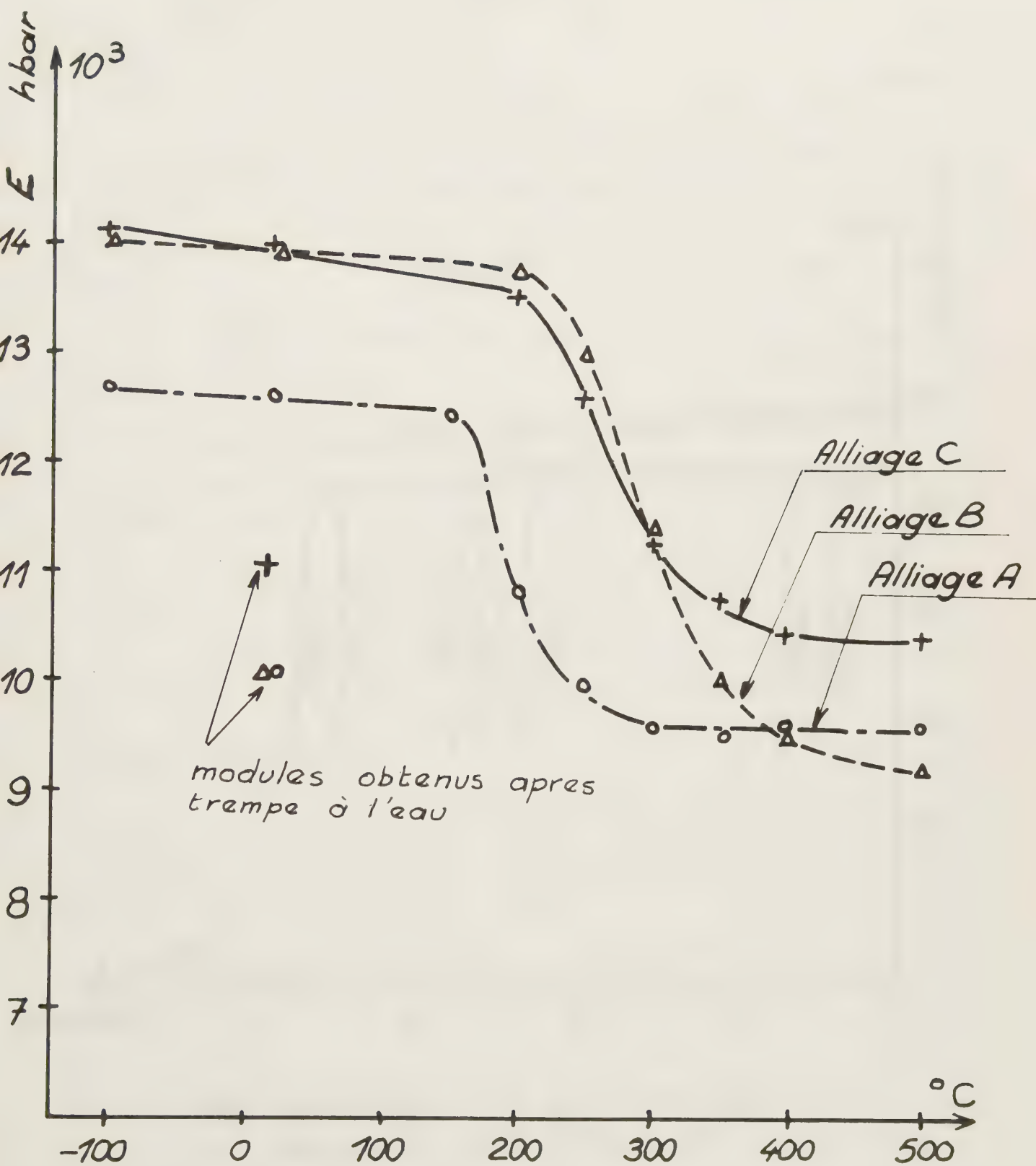
Ceci est d'ailleurs cohérent avec les travaux de PELLOUX [44], LINDBORG [45] et ENGELMAIER [46] qui pensent que les microfissures de fatigue apparaissent très tôt, sûrement dès le dixième du temps de vie. Ils estiment que ces microfissures se multiplient et se développent pour atteindre finalement une taille critique et se propager très rapidement, entraînant la rupture.

Les variations observées en fonction de la température sont à rattacher à celles du module ou de la durée de vie.

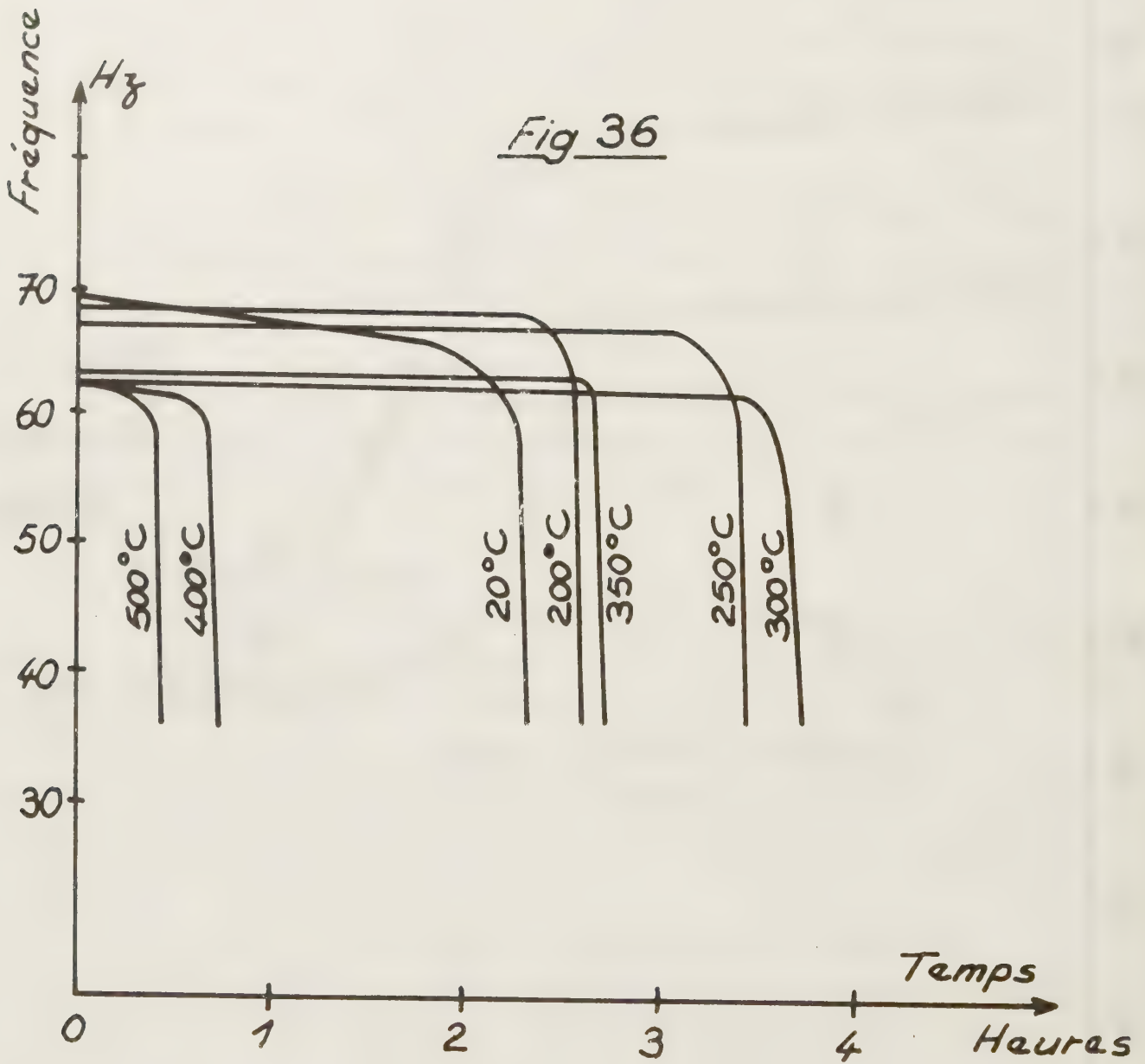
2,3 - Temps de rupture

Parallèlement à la mesure de la fréquence de résonance, le temps qui s'écoule entre le début de l'essai et la séparation de l'éprouvette en deux

Fig 35



Module d'élasticité en $hbar$ en
fonction de la température d'essai



Variation de la fréquence de
résonance avec le temps

parties est enregistré, pour chaque température.

On remarque (figure 37) qu'au-delà de 300°C les durées de vie sont assez voisines sur les trois alliages. De plus, les courbes des alliages B et C présentent une décroissance très brutale vers 300°C, alors qu'à cette température la courbe de l'alliage A ne semble posséder qu'un changement de pente.

Enfin, les durées de vie sont plus faibles à haute température, malgré la diminution des contraintes appliquées. Rappelons que tous ces essais sont effectués à amplitude constante, celle-ci étant choisie pour que la contrainte maximale reste voisine de la limite élastique du métal, à la température considérée.

Les résultats semblent donc indiquer un changement dans le mode de rupture à partir de 300°C.

2,4 - Nombre de cycles avant rupture

Cette grandeur est déterminée à partir des courbes de fréquence de résonance en fonction du temps (figure 36).

Le nombre de cycles avant rupture, représenté par l'aire comprise entre ces courbes et l'axe des temps, est mesuré à l'aide d'un planimètre.

On constate (figure 38) que ces courbes présentent une allure identique à celle de la figure 37, les mêmes remarques pouvant être faites.

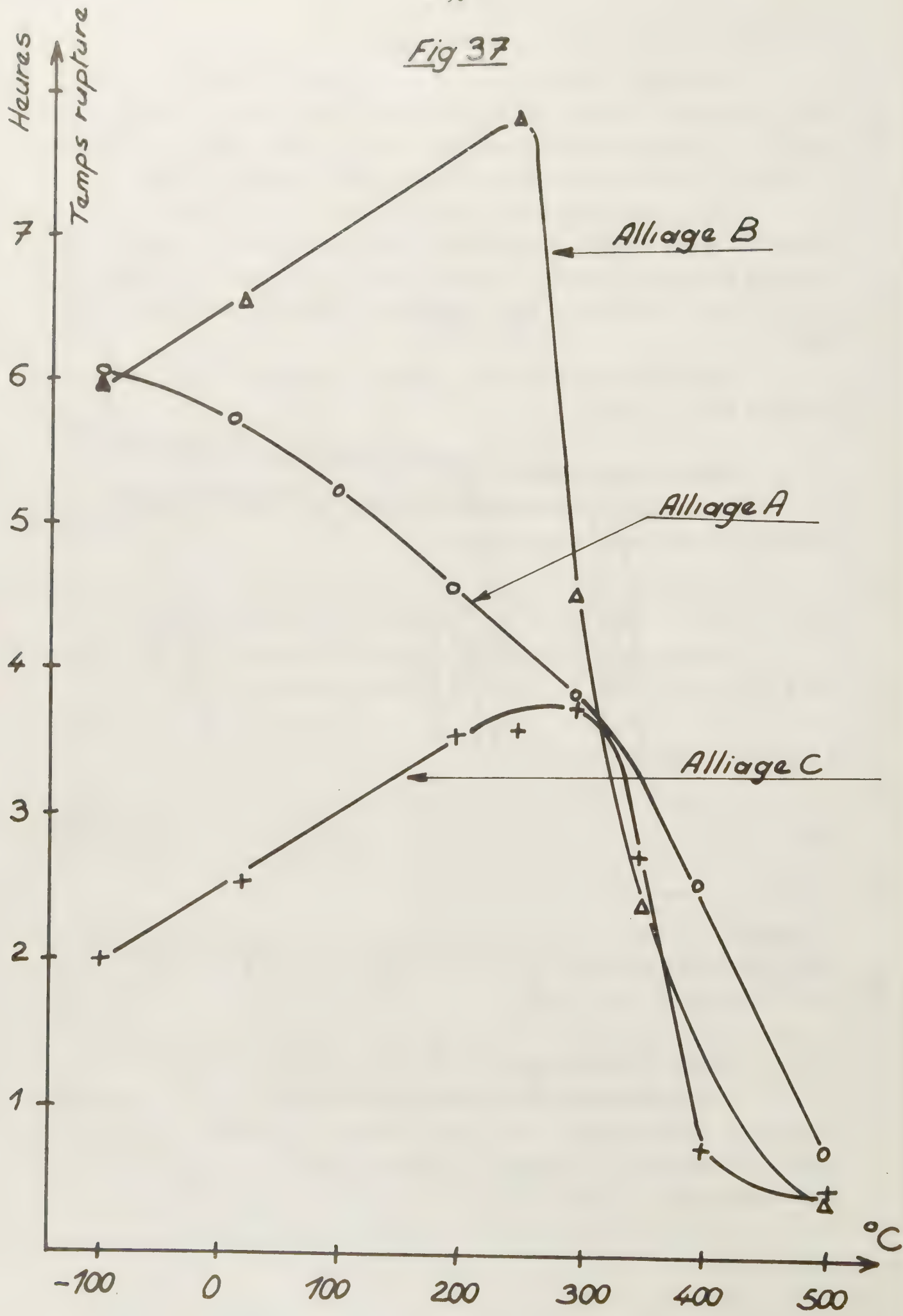
3 - EXAMEN MICROGRAPHIQUE -

Les éprouvettes de flexion alternée, polies avant rupture, sont attaquées avec une solution de chlorure ferrique et observées au microscope optique. Cette technique permet un examen des bandes de déformation, des microfissures et des ruptures, sans altération de la surface.

Les micrographies 37 à 47 montrent que, d'une façon générale, les ruptures sont transgranulaires à basse température et jusqu'à 250 - 300°C environ. Les microfissures se développent dans les plans de glissement (Mi 37-40-41-45) et leurs profils sont peu tourmentés. De plus, ces microfissures se "réfléchissent" sur les joints de grains ou sur les plages de précipités (Mi 41-45).

A plus haute température, c'est-à-dire au dessus de 300°C, les microfissures se développent dans les joints de grains des alliages A et B, aux interfaces α , précipités de l'alliage C, et semblent beaucoup moins rectilignes qu'à basse température (Mi 38-39-42-43-46-47).

Fig 37



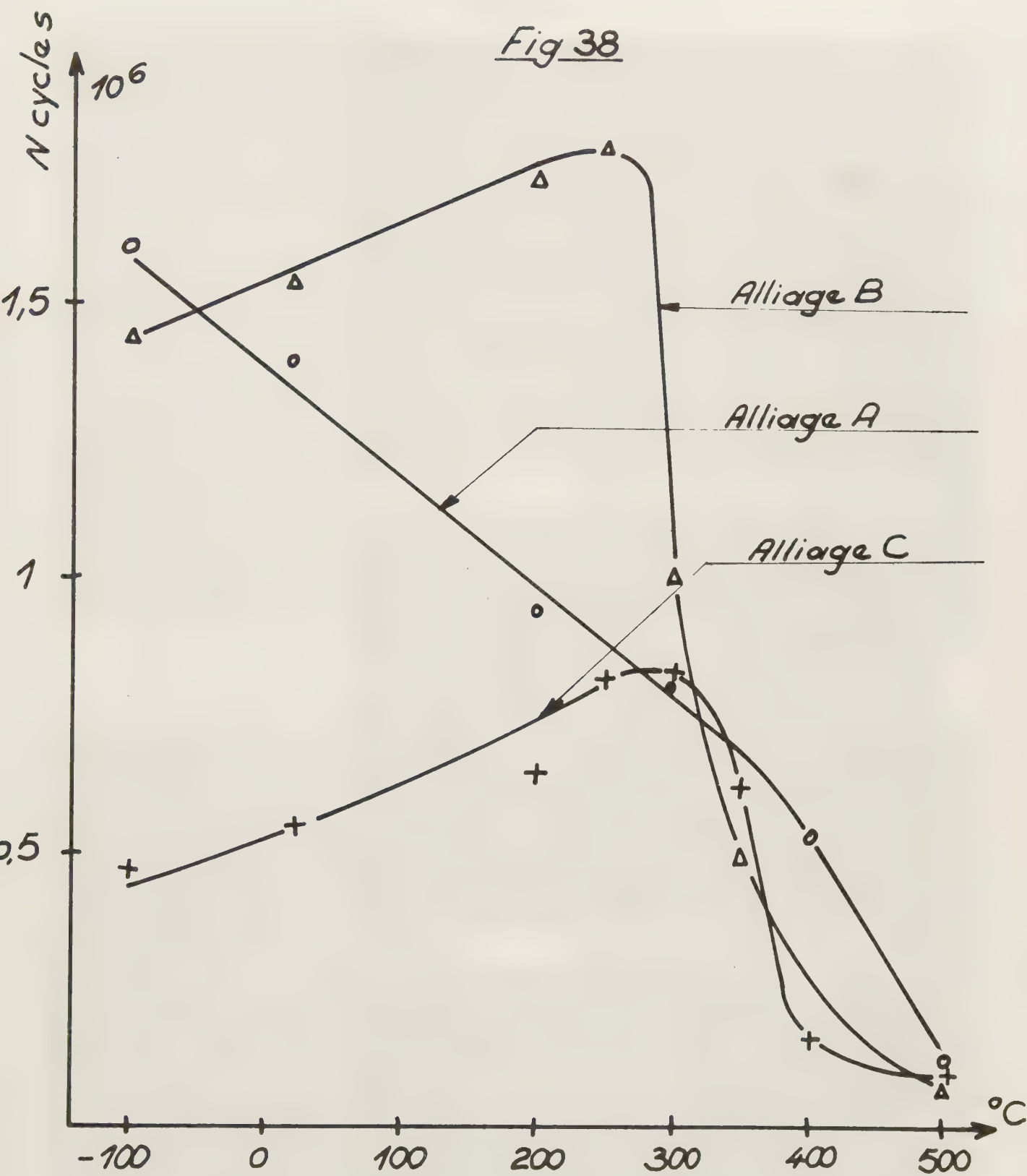


PLANCHE 16



Mi 37 - g $\times$ 200 - A
20°C



Mi 38 - g $\times$ 200 - A
300°C



Mi 39 - g $\times$ 200 - A
500°C

PLANCHE 17



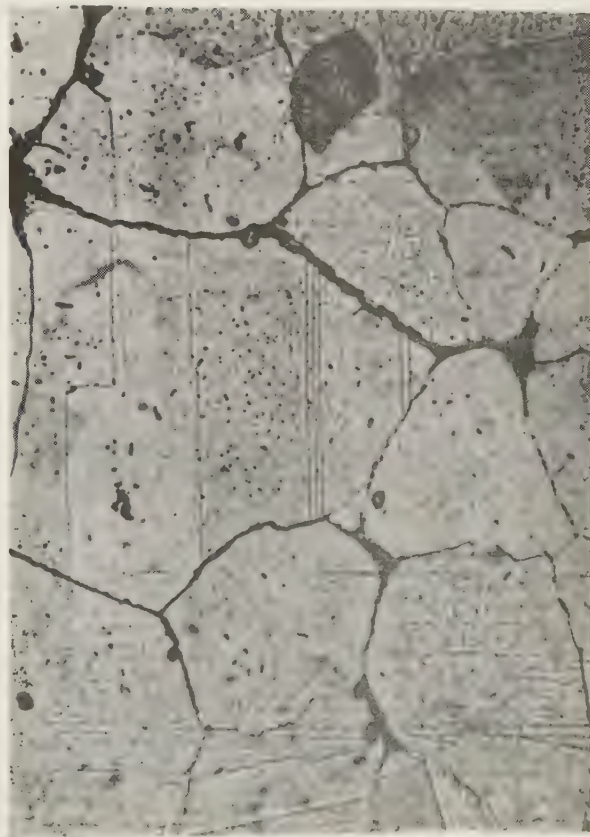
Mi 40 - g $\times$ 400 - B
20°C



Mi 41 - g $\times$ 1000 - B
20°C



Mi 42 - g $\times$ 400 - B
250°C



Mi 43 - g $\times$ 400 - B
500°C

PLANCHE 18



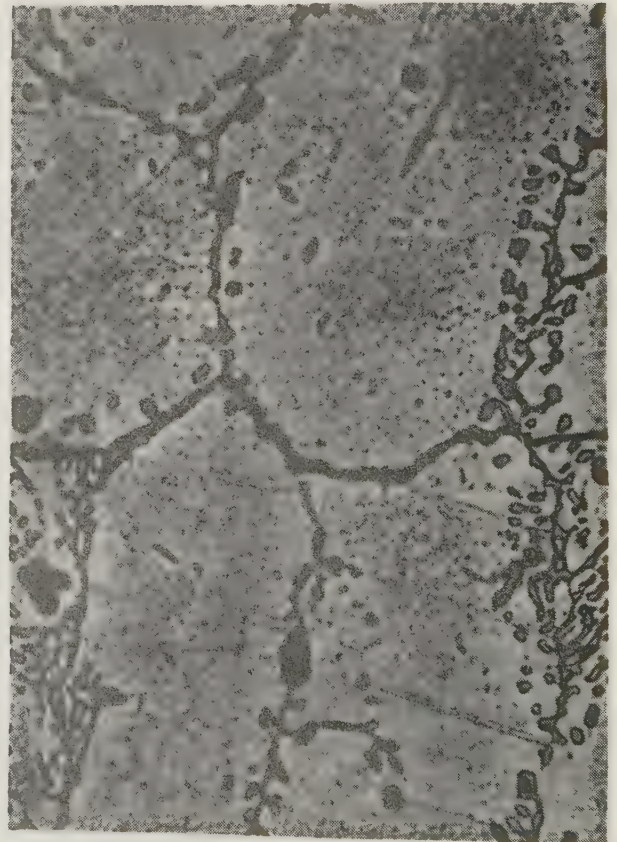
Mi 44 - g $\times$ 200 - C
20°C



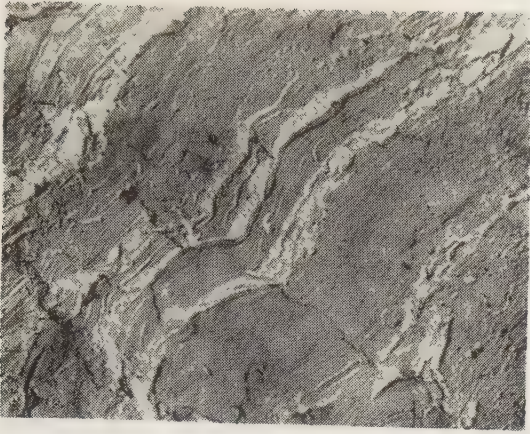
Mi 45 - g $\times$ 1000 - C
20°C



Mi 46 - g $\times$ 1250 - C
300°C



Mi 47 - g $\times$ 800 - C
500°C



Mi 48 - 9 × 6000

A à 500°C



Mi 49 - 9 × 1300

B à 500°C



Mi 50 - 9 × 4000

C à 500°C

Les microfractographies montrent une rupture intercristalline sur les trois alliages à haute température. Les variations importantes de vitesse de propagation de la fissure, d'un joint à l'autre, sont probablement liées à l'orientation des réseaux cristallins respectifs (Mi 49). De même (Mi 50) la fissure s'est propagée dans les interfaces α - précipités de l'alliage C.

4 - DISCUSSION -

4,1 - Avantages et inconvénients de la méthode

L'appareil que nous avons mis au point permet d'étudier la fissuration d'un alliage, sollicité en flexion alternée, à des températures comprises entre -196°C et $+500^{\circ}\text{C}$. Les essais à haute température étant effectués sous argon, les examens micrographiques ultérieurs sont aisément pratiqués.

Cette méthode nous permet aussi de déterminer le module de l'alliage, avec une précision satisfaisante, et, le connaissant, de choisir le niveau maximal de contrainte que l'on désire, cette grandeur étant reliée à la déformation par l'intermédiaire du module.

Enfin, les variations de la fréquence de résonance, en fonction du temps, doivent permettre, théoriquement, de calculer les vitesses de propagation des fissures. Cependant, notons que l'inconvénient majeur de l'appareil est de posséder une force maximale relativement faible. En effet, un excitateur plus puissant autoriserait l'emploi d'une éprouvette épaisse (6 à 8 mm par exemple) donnant des résultats comparables aux résultats industriels. De plus, la distance parcourue par le front de fissure étant plus grande, le calcul de la vitesse de propagation de la fissure serait beaucoup plus facile et un contrôle expérimental deviendrait possible.

Par ailleurs, l'essai de flexion correspond à un état de contrainte assez compliqué et nous pensons que la comparaison de nos résultats avec ceux d'autres essais plus simples, de traction - compression par exemple, pourrait être fructueuse.

4,2 - Discussion des résultats

Comme nous l'avons précisé plus haut, nos essais sont effectués avec des contraintes maximales variables avec la température et avec l'alliage.

Nous espérons, en choisissant cette contrainte, voisine de la limite élastique dans chaque cas, placer les différentes éprouvettes dans des états que nous pourrions appeler "correspondants" vis-à-vis de la déformation plastique. Il n'est pas du tout certain que ce choix soit le meilleur et la définition de

ces "états correspondants" devrait faire l'objet d'une autre étude.

Quoi qu'il en soit, les dispositions particulières à notre étude ne doivent pas être oubliées lors de la comparaison de nos résultats avec ceux des autres auteurs.

Variation du module avec la température

Précisons, tout d'abord, que les valeurs du module dynamique sont plus élevées que celles du module statique. On trouve, pour l'alliage B par exemple, à l'ambiante, 14 000 hbar en flexion contre 12 800 hbar en traction, ce qui est d'ailleurs en accord avec les remarques générales de E. PLENARD [43].

Nos résultats peuvent alors être comparés à ceux de JAFFEE et RAMSEY [34] qui ont obtenu, sur un alliage laminé contenant 9 % d'aluminium, 3,1 % de fer et 0,4 % de nickel, les valeurs du module statique suivantes :

θ °C	-182	-59	24	316
E hbar	13 000	11 900	11 300	8 600

On constate que ces valeurs sont généralement inférieures à celles que nous avons obtenues sur l'alliage B, mais elles se rapportent à un alliage possédant, sans doute, une texture et dont la composition est un peu différente. Il reste clair, cependant, que ce tableau indique une diminution importante du module entre l'ambiante et 300°C.

D'autre part, des variations semblables ont été trouvées [36] sur un U-A8 Fe 3 recuit comme le montre la figure 39.

On peut donc penser que la décroissance rapide du module de ces alliages cuivre - aluminium, complexes ou non, est assez générale dans la gamme de température 150-300°C.

L'analogie entre la forme des courbes de module et celle des courbes d'allongement, nous a conduit à rechercher une similitude dans les causes de ces anomalies. C'est pourquoi, comme lors des essais de traction, nous avons procédé à quelques expériences complémentaires. Le tableau ci-après donne les valeurs du module, déduites de la fréquence de résonance à l'ambiante, pour des éprouvettes respectivement :

- recuites et refroidies lentement (colonne 1)
- trempées à l'eau après maintien de 30 minutes à 350°C (colonne 2)
- trempées à l'eau après maintien de 30 minutes à 500°C (colonne 3).

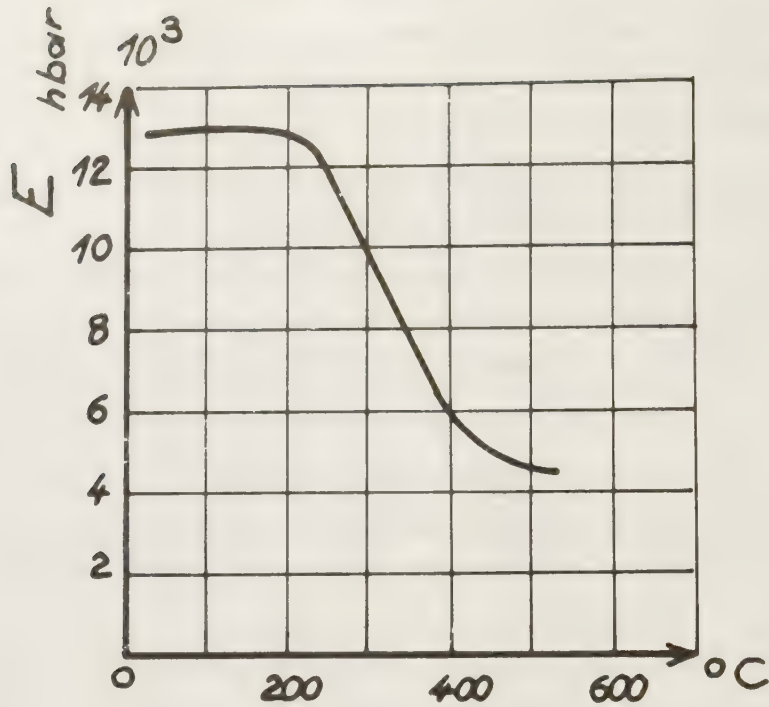


Fig. 39

Alliage	1	2	3
A	12 600	10 000	10 000
B	14 000	10 000	10 000
C	14 000	11 000	11 000

Les valeurs obtenues après trempe, également indiquées sur le diagramme module - température (figure 35), montrent que la diminution du module se conserve par trempe, alors que la réduction d'allongement ne se conservait pas.

On doit donc supposer que les mécanismes qui régissent les diminutions du module d'une part, et celles de l'allongement à la rupture d'autre part, sont distincts malgré la coïncidence des domaines de température où ces variations se manifestent.

KOPPENAAL et FINE [18] [19], qui avaient obtenu de telles variations de module sur des monocristaux, les avaient attribuées à des variations d'ordre.

Variation de la durée de vie

Cette fois encore, le changement de comportement de nos alliages, mis en évidence sur la figure 38, se situe dans la gamme de température 250-300°C, l'effet étant plus marqué pour les alliages B et C que pour l'alliage A. Les trois courbes sont toutefois très voisines à partir de 300°C.

La raison de cette réduction de la durée de vie à température élevée ne peut pas être liée à une variation de la contrainte appliquée, celle-ci étant toujours égale à la limite élastique apparente, laquelle varie très peu dans cette zone de température. D'autre part, les variations du module interviennent dans le calcul de la flèche pour obtenir une contrainte donnée.

Nous supposons, par conséquent, que les essais de flexion conduisent ici à des résultats comparables à ceux des essais de traction et que la diminution de la durée de vie à chaud correspond aussi à une fragilisation des alliages.

Cette hypothèse est d'ailleurs étayée par l'examen des fissures, qui montrent un changement assez net dans le mode de propagation à partir de 300°C.

A basse température, les fissures peu sinueuses se propagent à travers la phase α , en se réfléchissant sur les joints de grain et en contournant les précipités. Nous avons d'ailleurs fait cette observation lors d'une étude précédente [47] portant sur un alliage diphasé α - martensite β' .

Au contraire, à température élevée, les fissures suivent préférentiellement les joints et les interfaces α - précipités. On peut alors admettre que le mécanisme de rupture est semblable à celui que l'on a rencontré en traction. En effet, le blocage des dislocations par les impuretés se traduit par un durcissement de la phase α et l'initiation des fissures intergranulaires peut se faire grâce à une concentration de contrainte dans les joints.

En conclusion, il semble assez raisonnable d'attribuer la variation de module à la transformation ordre - désordre, alors que la réduction de la durée de vie pourrait faire intervenir un mécanisme de rupture intercristalline semblable à celui proposé par Zener ou par des empilements de dislocations dans les joints.

CONCLUSION GENERALE

L'étude que nous venons de présenter avait pour objet l'acquisition d'une meilleure connaissance des propriétés mécaniques des alliages de cuivre et d'aluminium, de teneur inférieure à 10 % en masse d'aluminium et comportant ou non des éléments d'addition.

Les deux principales méthodes d'essai utilisées ont été :

- la traction qui nous a renseigné sur les propriétés statiques de l'alliage,
- la flexion alternée intéressante pour l'étude des propriétés dynamiques.

En traction, nous avons montré que la limite élastique apparente des trois nuances étudiées variait peu avec la température, diminuant légèrement entre -196°C et $+500^{\circ}\text{C}$.

La charge à la rupture présente une décroissance régulière pour l'alliage monphasé, assez lente jusqu'à 250°C et plus rapide ensuite pour les alliages complexes.

Enfin, l'allongement à la rupture présente une chute, assez brutale entre 250 et 400°C pour les alliages complexes, plus étalée entre l'ambiante et 400°C pour l'alliage monphasé, les trois alliages possédant tous un allongement relativement faible à 450°C . Dans cette même zone de température, les courbes de traction présentent le phénomène de PORTEVIN - LE CHATELIER et la rupture des trois alliages est intercristalline.

Les différents examens nous ont permis de montrer que la chute de ductilité au-dessus de 250°C pouvait sans doute être expliquée en considérant le phénomène de rupture intercristalline constaté, accentué d'ailleurs par le durcissement de la matrice. Ce phénomène peut être expliqué par la théorie de ZENER, introduisant les glissements intergranulaires et leur blocage aux points triples. Ce blocage est facilité par le durcissement de la matrice résultant des interactions entre dislocations et impuretés (PORTEVIN - LE CHATELIER).

Cependant, la nature de nos alliages, élaborés industriellement et contenant de nombreuses additions et impuretés, ne nous a pas laissé la possibilité de préciser avec certitude les causes de la rupture intergranulaire.

Les essais de flexion alternée ont mis en évidence une forte variation du module et de la durée de vie des éprouvettes avec la température.

De -100°C à 150 ou 200°C suivant les nuances, le module varie peu. A partir de 200°C , une diminution rapide, de l'ordre de 30 %, est observée, puis les valeurs se stabilisent à partir de 350 ou 400°C . Malgré la coïncidence des températures, nous avons été amené à distinguer les variations de module qui pourraient être liées à l'existence d'une transformation ordre - désordre des variations d'allongement qui restent liées à la rupture intergranulaire.

Par contre, la diminution de la durée de vie des éprouvettes, très marquée entre 300 et 400°C , peut être interprétée de la même façon que la diminution de l'allongement.

Finalement, l'existence d'une transformation ordre - désordre dans nos alliages reste à mettre en évidence de façon plus précise, les variations de module n'en constituant pas une preuve suffisante.

Il serait donc intéressant de consacrer à ce point particulier des études complémentaires fondées sur les méthodes de diffraction des rayons X, de dilatométrie ou de résistivité. De toutes façons, l'intervention d'une telle transformation sur la réduction d'allongement des alliages étudiés reste hypothétique.

Par contre, les variations de ductilité et les phénomènes de rupture intergranulaires semblent jouer un rôle prépondérant dans le comportement des trois nuances, vis-à-vis de la déformation plastique et de la rupture en température, les éléments d'addition, contenus dans les alliages complexes, ne faisant que prolonger la zone de ductilité vers les températures élevées.

Il serait donc particulièrement intéressant de poursuivre cette étude par un examen plus détaillé des propriétés mécaniques et physiques d'alliages de cuivre et d'aluminium monophasés, élaborés à partir de métaux très purs, dans l'espoir de préciser le mécanisme responsable de la baisse de ductilité à haute température.

BIBLIOGRAPHIE

- | | | |
|----|------------------------------------|--|
| 1 | TIGEOT | Mém. Sci. Rev. Metall. LXIII n°718
page 699 (1966) |
| 2 | WEILL - COULY | Cuivre, laitons et alliages, n°104 (1968) |
| 3 | CARPENTER
et EDWARDS | Proc. Inst. Rech. Engrs. 5-7 (1907) |
| 4 | RAYNOR | Inst. Metals Annatated Equilib. Digr.
Série n°4 (1944) |
| 5 | JEWET et MACK | J. of inst. of metals 64 - vol.92 (1963) |
| 6 | WEST et THOMAS | J. of inst. of metals 55 - vol.83 (1954) |
| 7 | SWANN et
WARLIMONT | Acta. met. vol.11 juin (1963) |
| 8 | COOK, FENTIMAN
et DAVIES | J. of inst. metals 52 - vol.80 (1951) |
| 9 | LE MAITRE | Thèse Doctorat-ès-Sciences - Nantes (1970) |
| 10 | CHENEVARD | C. R. Académie des Sciences 22-6 (1925) |
| 11 | HOUSKA et
AVERBACH | J. Appl. Phys., vol.30 p.1525 (1959) |
| 12 | DAVIES et CAHN | Acta. met., vol.10 p.170 (1962) |
| 13 | MATSUO et
CLAREBROUGH | Acta. met., vol.11 p.1195 (1963) |
| 14 | BROOKS et
STANSBURY | Acta. met., vol.11 p.1303 (1963) |
| 15 | MOREAU | Thèse 3ème cycle - Nantes (1969) |
| 16 | PANIN, FADIN,
RED'KIN, IGNATYUK | Fiz. metal. mettal., vol.15 n°2 p.264 (1963) |
| 17 | COHEN et FINE | Acta. met., vol.11 p.1106 (1963) |
| 18 | KOPPENAAL et FINE | Trans. metal. soc. of AIME, décembre (1961) |
| 19 | KOPPENAAL et FINE | Trans. ame. Inst. min. (metall.) Engrs
vol.224 p.347 (1962) |
| 20 | KOPPENAAL | Acta. met., vol.11 p.537 (1963) |
| 21 | KOPPENAAL | Acta. met., vol.12 p.487 (1964) |

- [22] MACKEN et SMITH "The Aluminium Bronze" C D A Publication
London (1966)
- [23] CLEWS BWRA Report British Welding Journal March (1965)
- [24] TESSON Conférence présentée à la Société des Ingénieurs Soudeurs
le 23/6 (1966)
- [25] BARBERY Traitement thermique n°34 p.29 mai (1968)
- [26] MATSUSHIMA Bull. of JSME, vol.10 n°38 p.253 (1967)
- [27] MATSUSHIMA Bull. of JSME, vol.10 n°42 p.898 (1967)
- [28] KEOWN, MENOS, J. of inst. of metals, vol.83 p.69 (1954-1955)
BALE, MICHAEL
- [29] CRUSSARD Etude rhéologique du fluage et de l'hystérésis mécanique.
Métaux corrosion industries, n°457-461 (1963) (1964)
- [30] PLENARD Une nouvelle caractéristique mécanique des alliages :
leur limite d'accomodation. Editions techniques des in-
dustries de la fonderie,PARIS (1969)
- [31] VERNOTTE Les singularités des courbes expérimentales
Publ. scien. et techn. de la dir. des industries aéron.
(1944)
- [32] MOREAU Communication privée (réf.15)
- [33] JAFFEE et RAMSEY Prop. of al. Bronzes metal progress (1948)
- [34] MATSUSHIMA Mem. of the def. Acad. Japan vol.6 n°1 (1966)
- [35] Cuivre, laitons et alliages, n°93 p.29 sept.(1966)
- [36] BEEVERS et RWK Fracture,Wiley (1959)
HONEYCOMBE
- [37] JAOUL Etude de la plasticité et application aux métaux,Dunod
- [38] COHEN et WEERTMAN Acta. met. vol.11 Août (1963)
- [39] DUVAL et HAYMANN Etude du recuit d'alliages Cu₂Al pour des compositions
voisines de Cu₃ Al. Mem. Sci. Rev. Metall. LXVIII
p.55 (1971)
- [40] ADENIS et Fragilité et fragilisation des métaux et alliages.
BLANCHARD Dunod (1963)
- [41] COTTRELL Bristol conference on strength of solids.
The Physical Society, p.50 (1948)
- [42] MAKRIDES Fragilité à haute température des alliages de titane
These case Inst. of Techn. Cleveland OHIO U.S.A.
- [43] LE ROLLAND Mesure du module d'élasticité par diverses méthodes
et PLENARD Fonderie 131, décembre (1956)

- | 44 | PELLOUX (M.I.T.) Propagation des fissures de fatigue
Conférence plénière. Journées d'automne SFM Paris (1969)
- | 45 | LINDBORG A statistical model for the linking of microcracks
Acta. met., vol.17 April (1969)
- | 46 | ENGELMAIER Trans. of Metall. Society of AIME, vol.242 p.1713
Août (1968)
- | 47 | ROLAND, BOUCHY, Mem. Sci. Rev. Metall. LXVII n°10 (1970)
LE MAITRE
- | 48 | CHALMERS Métallurgie physique. Dunod (1963)
- | 49 | TETELMAN et EVILY Fracture of structural materials. Wiley (1967)
- | 50 | GREEN WOOD, Acta. met. 2 - 250 (1954)
MILLER, SUITER
- | 51 | BLEAKENEY Con. J. Techn. 30 - 340 (1952)
- | 52 | STOLOFF et DAVIES The mechanical properties of ordered alloys
Pergamon Press, vol.13 n°1 (1966)
- | 53 | KRIVOGLAZ et The theory of order disorder in alloys.
SMIRNON Mac Donald, London
- | 54 | MENCARELLI, Les images fallacieuses, sources d'erreurs d'interpré-
PERTUIS, DE LEIRIS tation en microfractographie électronique.
Mémorial de l'artillerie française T 42 (1968)
- | 55 | KONAGA et HONDA The eleventh japan congress on materials research.
Metallic materials, March (1968)
- | 56 | AVERY et BACKOFEN Fatigue, Low stacking fault energie
Acta. met., vol.11 (1963)
- | 57 | CAZAUD La fatigue des métaux. Remis à jour par G. POMEY. Dunod
- | 58 | SCATTERGOOD The relation of short - range order to the deformation
et BEVER behavior of copper - rich copper - aluminium alloys.
Philosophical Magazine, septembre (1970)
- | 59 | FRIEDEL Les dislocations
Gauthier - Villars (1956)
- | 60 | HENRY et PLATEAU La microfractographie
Edition Métaux
- | 61 | GAILLARD F. Thèse 1969 - Identification des phases dans les cupro-
aluminiums.

